



Escola Politècnica Superior
d'Enginyeria de Vilanova i la Geltrú

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

PROJECTE FI DE CARRERA

TÍTOL: Obtenció i caracterització de materials compostos base alumini reforçats amb partícules ceràmiques de SiC mitjançant molturació mecànica i posterior compactació en calent.

AUTOR: Albert Bernal Ruiz

TITULACIÓ: Enginyeria Tècnica Industrial, especialitat en Mecànica

DIRECTOR: Miquel Punset Fusté

PONENT: Josep Anton Picas Barrachina

DEPARTAMENT: 702, Ciència dels materials i enginyeria metal·lúrgica

DATA: 29/01/2010

PROJECTE FI DE CARRERA

RESUM (màxim 50 línies)

Les necessitats de la tecnologia moderna, juntament amb les mesures mediambientals cada cop més severes, han dut a la recerca de nous materials d'elevades prestacions que superin les propietats dels materials coneguts fins al moment. A mesura que la mida es redueix al rang nanomètric, els materials mostren propietats mecàniques i físiques diferents, com per exemple l'increment en la resistència mecànica, difusivitat, calor específica i resistivitat elèctrica, comparant-los amb materials de mida de gra convencional. La tecnologia de fabricació de nanopartícules es molt reversible i engloba una gran varietat de tècniques que avarca tres rutes de processament: en fase vapor, líquida i sòlida. Cada mètode te les seves avantatges i inconvenients, encara que la molturació mecànica es un dels mètodes més utilitzats per produir grans quantitats de nanopols [1,2]. La creació de nanopartícules mitjançant molturació per boles, es duu a terme per col·lisions d'elevat impacte, produint una reducció en l'estructura dels materials macrocristal·lins, donant lloc a la formació de nanoestructures cristal·lines per mitjà de deformació plàstica.

La pols de la matriu metàl·lica de partida és una pols comercial d'Al₁₂Si de la companyia "Sulzer-metco" reforçada amb pols d'un material ceràmic (SiC) de l'empresa espanyola "Navarro SiC S.A". Aquesta pols ha estat sotmesa a una molturació mecànica en un Attritor vertical de boles, "Union Process S-1".

Amb la finalitat d'avaluar l'efecte de la presència, proporció, mida i distribució de la fase reforç, les proporcions de MMC (matriu/reforç) analitzades en aquest estudi han estat les següents: 90:10, 80:20 i 70:30, així com de la matriu sense reforç, extraient mostres segons un procés seqüencial acumulatiu, prenent com a temps d'extracció les 15, 25, 30, 35 i 40 hores.

Per a cada mostra de pols resultant s'ha efectuat un anàlisi granulomètric mitjançant un analitzador làser de mida de partícula, de la casa Beckman Coulter, model "LS13 320". La caracterització mecànica s'ha dut a terme mitjançant la utilització d'un microduròmetre Vickers de la casa Struers model "Duramin", segons especifica la norma ASTM E-384. L'avaluació tribològica s'ha realitzat mitjançant un tribòmetre Pin-on-Disk "CSEM", en concordança amb la norma ASTM G-99. La caracterització microestructural s'ha dut a terme mitjançant microscòpia òptica, utilitzant un microscopi òptic "LEICA MEF4M" dotat d'un software d'anàlisi de imatge "LEICA Q500MW", així com un microscopi electrònic (SEM), JEOL model "JSM-5600".

L'anàlisi dels resultats experimentals ha confirmat la viabilitat del procés de molturació "Attritor" com a mètode de síntesis de MMC's a partir de fases inicials en forma de pols. Tot i això, no s'ha assolit la mida nanomètrica del reforç en aquest estudi. S'ha demostrat la influència de la mida de la partícula sobre les propietats mecàniques i tribològiques del material i s'ha pogut determinar en quines condicions de molturació s'ha assolit, la menor mida de partícula i les millors propietats.

Paraules clau (màxim 10):

Nanotecnologia	Al ₁₂ Si	Molturació	Attritor
Ball milling	SiC	MMC	Tribology
Powder metallurgy			

SUMARI

RESUM	5
SUMARI	7
1. Prefaci	9
1.1. Origen del projecte	9
1.2. Motivació del projecte	9
1.3. Requisits previs	9
2. Introducció	11
2.1. Objectiu del projecte	11
2.2. Abast del projecte	11
3. Nanotecnologia i els nanomaterials	13
3.1. Per què s'està desenvolupant la nanotecnologia tan ràpidament?	13
3.2. Quin serà l'impacte de la nanotecnologia?	13
3.2.1. Impacte en el sector industrial	13
3.2.2. Impacte en el medi ambient	14
3.3. Nanomaterials	14
3.3.1. Síntesi de nanomaterials	14
4. Característiques de l'alumini	17
4.1. Propietats físiques de l'alumini	17
4.2. Elements d'aliatge de l'alumini	18
4.3. Classificació i designació dels aliatges d'alumini	18
4.4. Processos d'obtenció de pols	20
4.4.1. Procediments Físics: Atomització	20
4.4.2. Procediments Químics: Electròlisi	20
4.4.3. Procediments Mecànics: Trituració mecànica	20
5. Fonaments teòrics	21
5.1. Enduriment de metalls	21
5.1.1. Estructura cristal·lina	21
5.1.2. Tipus d'estructura cristal·lina	21
5.1.3. Materials pol·licristal·lins	23
5.1.4. Dislocacions	23
5.1.5. Relació entre les dislocacions i la deformació plàstica	25
5.1.6. Millora de les propietats mecàniques	25
5.1.7. Mecanismes d'enduriment	25
5.1.8. Obtenció de gra nanomètric per deformació	27
5.2. Mètodes d'obtenció de gra ultrafí	29
5.2.1. Ball Milling (M)	29
5.2.2. Equal Chanell (ECAP)	30
5.2.3. Extrusió torsional (SPTS)	30
5.2.4. Unió per laminació acumulada (ARB)	31
5.3. Attritor Milling	31
5.3.1. Característiques principals	32
5.3.2. Procés de molturació	32
5.3.3. Tipus de molins Attritor	34
5.3.4. Variables influents en la molturació	36
5.4. Granulometria làser	39
5.5. Fonaments de compactació de pols	39
5.5.1. Barrejat	39
5.5.2. Compactació	39
5.5.3. Mètodes de compactació alternatius	40
5.6. Caracterització mecànica: Duresa	41
5.6.1. Duresa	41

5.7.	Caracterització tribològica: Desgast i fricció (Pin-on-disk)	42
5.7.1.	Desgast	43
5.7.2.	Fricció	43
5.8.	Anàlisi metal·logràfic	43
5.8.1.	Microscòpia òptica (MO)	44
5.8.2.	Microscòpia electrònica	44
6.	Procés experimental	47
6.1.	Descripció del mètode experimental	47
6.2.	Procés de molturació	47
6.3.	Anàlisi granulomètric	51
6.4.	Compactació	52
6.4.1.	Matriu, punxó i contrapunxó	52
6.4.2.	Compactació en fred	56
6.4.3.	Compactació en calent	57
6.5.	Preparació de provetes	58
6.5.1.	Embotició	58
6.5.2.	Desbast i polit	60
6.6.	Microdureza Vickers	62
6.7.	Assaig Pin-on-Disk	63
6.8.	Anàlisi metal·logràfic	66
7.	Resultats experimentals	69
7.1.	Anàlisi de la matriu metàl·lica: Al-12Si	69
7.1.1.	Resultats Al-12Si: Anàlisi metal·logràfic	69
7.1.2.	Resultats Al-12Si: Duresa	69
7.1.3.	Resultats Al-12Si: Pin-on-Disk	69
7.2.	Anàlisi de la fase reforç: SiC	70
7.3.	Anàlisi de pols molturada	70
7.3.1.	Resultats de pols molturada: Anàlisi granulomètric	70
7.3.2.	Resultats de pols molturada: Anàlisi Duresa	74
7.3.3.	Resultats de pols molturada: Pin-on-Disk	78
7.3.4.	Resultats de pols molturada: Metal·logràfic	86
8.	Anàlisi de resultats	89
8.1.	Granulometria	89
8.2.	Dureses	91
8.3.	Desgast	93
8.4.	Microestructura	95
9.	Conclusions	99
10.	Suggeriments	101
11.	Pressupost	103
12.	Agraïments	107
13.	Bibliografia	109

ANNEXES

ANNEX I: Fitxa tècnica ICO-2800

ANNEX II: Resultats Granulometria

ANNEX III: Resultats Dureses

ANNEX IV: Resultats Desgast

1. Prefaci

1.1. Origen del projecte

L'origen del projecte ve determinat per la realització d'un projecte de fi de carrera. L'objectiu del PFC és realitzar de manera tutelada un treball d'investigació relacionat amb l'exercici professional, en el que es demostra el grau d'assimilació i síntesi dels coneixements previs adquirits a la carrera, així com la capacitat de cercar nous coneixements i informació d'interès.

El present projecte final de carrera s'ha realitzat en els laboratoris del Centre de Disseny d'Aliatges Lleugers i Tractaments de Superfícies (CDAL) en l'Escola Politècnica Superior d'Enginyeria de Vilanova i la Geltrú (EPSEVG).

1.2. Motivació del projecte

La motivació del projecte és la de finalitzar una etapa d'aprenentatge realitzant un treball de I+D.

1.3. Requisits previs

El CDAL aporta coneixements i experiència en els diversos processos empleats per al correcte desenvolupament d'aquest projecte.

2. Introducció

La necessitat de la tecnologia moderna, juntament amb les mesures mediambientals cada cop més severes, han dut a la recerca de nous materials que superin les propietats dels materials coneguts fins al moment. En aquest sentit, la indústria dels nanomaterials s'ha convertit en una realitat en els últims anys en molts països. El fet de disposar de majors prestacions emprant materials a escala nanomètrica han dut a grans avenços en diferents camps com l'electrònica, la química o la mecànica entre d'altres.

2.1. Objectiu del projecte

L'objectiu del projecte és l'obtenció de materials compostos a partir de la molturació mecànica conjunta de polsos, metàl·lics com a fase matriu i ceràmics com a fase reforç, reduint al mateix temps la mida de la partícula de reforç i la mida de gra de la fase matriu, així com augmentant la dispersió del reforç ceràmic dins la matriu metàl·lica.

L'objectiu del procés experimental és obtenir mostres de material compost de matriu metàl·lica i reforç ceràmic (MMC) "Metal matrix composite" base AlSi/SiC, verificant que el procés de molturació mecànic produeix un afinament de gra de la matriu d'alumini i de les partícules ceràmiques, produint com a conseqüència un increment de les propietats mecàniques i tribològiques del material.

D'aquesta manera es podran obtenir futurs components amb millors característiques i majors prestacions, augmentant el camp d'aplicació del material tot cobrint-ne o substituint-ne d'altres.

2.2. Abast del projecte

Una vegada tinguem la pols molturada i compactada, es realitzarà una caracterització mecànica i tribològica de la mateixa, a fi i efecte de mesurar la variació d'aquestes propietats en funció de la mida de grà i la morfologia de les mateixes.

Les mostres obtingudes s'estudiaran mitjançant microscòpia òptica i electrònica SEM, analitzant la variació de la mida de grà, la distribució i la morfologia de les mateixes.

Un cop realitzada la caracterització dels compactes, es procedirà a realitzar un anàlisi de resultats i el comentari dels mateixos.

3. Nanotecnologia i els nanomaterials

Durant les últimes dècades, per descriure certs materials o tecnologies, han aparegut una gran varietat de termes que inclouen el prefix nano, com ara, nanopartícula, nanomaterial o nanoestructura. El terme nano, procedeix del terme grec “nan” i en mesurament científic equival a una mil milionèsima part (10^{-9}).

3.1. Per què s'està desenvolupant la nanotecnologia tan ràpidament?

El gran desenvolupament de la nanotecnologia és el resultat d'una convergència d'avenços tecnològics. A mida que es descobreixen nous avenços, aquests en faciliten el desenvolupament d'altres. L'espectacular augment d'interès per la ciència i l'enginyeria a nanoescala durant els últims deu anys respon a la combinació de diversos factors, [1]:

- Avenços tècnics
- Avenços en fabricació
- Avenços científics
- Cooperació global en R+D
- Augment del finançament governamental

La nanotecnologia té aplicacions pràctiques a gairebé tots els camps. Les nanotecnologies mèdiques ofereixen tractaments, implants i aparells quirúrgics molt millorats, la nanoelectrònica, ha permès crear dispositius de computació més petits i cada cop més potents i les nanopartícules ofereixen millors cosmètics i catalitzadors; tenint també importants aplicacions en energia, electrodomèstics, alimentació, medi ambient i tecnologia aeroespacial i militar.

3.2. Quin serà l'impacte de la nanotecnologia?

En general, la major part de les prediccions, fetes per analistes auguren el desenvolupament de la nanotecnologia en tres grans fases, [1]:

- **Fase inicial (propers 5 anys):** la nanotecnologia es troba en fase de recerca i el coneixement científic es comença a traduir en aplicacions solides.
- **Desenvolupament comercial (5-10 anys):** durant aquest període es preveu que es desenvolupin i es comencin a produir a escala industrial moltes aplicacions diferents.
- **Ús generalitzat (10-15 anys):** la nanotecnologia s'haurà consolidat com a indústria i els consumidors gaudiran d'un ampli espectre de productes amb base nanotecnològica.

3.2.1. Impacte en el sector industrial

L'impacte en la indústria variarà en funció del sector. Per a algunes indústries, les nanotecnologies oferiran millores progressives i aquests canvis possiblement s'absorbiran fàcilment com a part d'un programa de millora continuada. D'altra banda, altres sectors, hauran de dur a terme una renovació generalitzada

d'infraestructures i equipaments obsolets, cosa que podria tenir conseqüències negatives.

Cal dir que no sempre resulta car aplicar la nanotecnologia. Un vegada es coneguin i es comercialitzin els mètodes de producció, aquests podrien implicar senzilles actualitzacions o millores de processos ja existents. Així doncs, algunes indústries incorporaran de manera natural les nanotecnologies sense haver-hi de fer grans inversions.

3.2.2. Impacte en el medi ambient

L'impacte ambiental de la nanotecnologia encara es un misteri, tot i que es preveuen que efectes positius com negatius. Moltes nanotecnologies augmentaran l'eficiència (faran servir menys energia i materials) i reduiran el subproductes contaminants. També es faran servir nanotecnologies per supervisar el medi ambient i corregir problemes com els vessaments de petroli o controlar brots de malalties. Alguns nanomaterials, però, en especial les nanopartícules, podrien resultar tòxics i difícils de contenir i, en conseqüència, comportar riscos per a la salut humana i ambiental. La inexistència actual d'una regulació i control ferris en aquest àmbit és una de les principals causes de preocupació de la societat.

3.3. Nanomaterials

La ciència dels nanomaterials és un dels molts camps que avarca la nanotecnologia. Els nanomaterials són materials com ara metalls, plàstics i compostos que incorporen nanopartícules. Inserir petites quantitats de nanopartícules a una substància pot alterar espectacularment les seves propietats i, per exemple, permetre de crear materials de construcció més lleugers i resistents.

Els nanomaterials poden separar-se en dos grups, materials nanocristal·lins i nanopartícules. Els primers són materials massics policristal·lins amb mida de grà en el rang nanomètric (<100 nm), mentre que els segons són partícules disperses ultrafines amb diàmetres de partícula per sota dels 100 nm, [2,3].

La investigació en el camp dels nanomaterials es una ciència multi disciplinar que implica la interacció entre investigadors dels camps físics, químics i ciències dels materials, a més de biologia i medicina.

A mesura que la mida es redueix al rang nanomètric, els materials mostren propietats mecàniques i físiques diferents, com per exemple l'increment en la resistència mecànica, difusivitat, calor específica i resistivitat elèctrica, comparant-los amb materials de mida de gra convencional. No obstant, la mida de partícula idoni es el que està compres entre les 20 nm i els 100 nm.

3.3.1. Síntesi de nanomaterials

El gran interès de l'enginyeria dels materials en la nanotecnologia es deriva del concepte que es poden dissenyar i construir estructures amb millors propietats mecàniques, elèctriques, químiques o òptiques respecte els materials que ja coneixem.

Gran part de la producció a nanoescala segueix una de les dues rutes principals, [1]:

- **L'enfocament top-down:** parteix de materials i estructures de dimensions grans i fa servir tècniques de tall o litografia per miniaturitzar els trets fins a obtenir les nanoestructures desitjades.
- **L'enfocament bottom-up:** parteix de blocs de construcció bàsics a la manera de petites molècules o fins i tot àtoms i els assembla tot donant-los l'estructura desitjada.

A part d'aquestes dues separacions principals, existeixen altres mètodes per a la conformació de nanomaterials els quals no impliquen una manipulació directa de l'àtom.

La tecnologia de fabricació de nanopartícules es molt reversible i engloba una gran varietat de tècniques que avarca tres rutes de processament: en fase vapor, líquida i sòlida (Fig. 3.1.). Les tècniques disponibles per a la síntesi de nanopartícules mitjançant al ruta de fase vapor contenen tècniques tan diferents com: CVD (Chemical Vapor Deposition), PVD (Physical Vapor Deposition) i Aerosol Spraying. La ruta en fase líquida engloba el mètode Sol-gel i els mètodes de solució química. El estat sòlid es desenvolupa mitjançant molturació mecànica i síntesi mecanico-química. Cada mètode te les seves avantatges i desavantatges, encara que la molturació mecànica es un dels mètodes més utilitzats per produir grans quantitats de nanopols, [2,3].

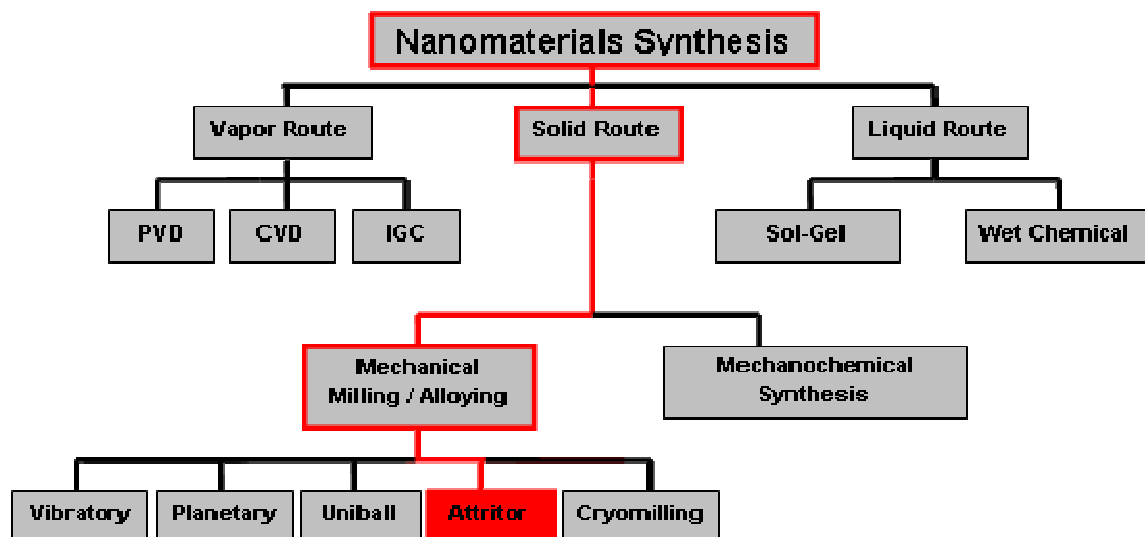


Fig. 3.1.-Arbre general de processos de síntesi de nanomaterials, [2,3].

4. Característiques de l'alumini

L'alumini, és amb un 8,1%, l'element metàl·lic més abundant a l'escorça terrestre. Els compostos d'alumini, es troben presents en la majoria de les roques, de la vegetació i dels animals. En el estat natural es troba en molts silicats. Com a metall, s'extreu únicament del mineral conegut amb el nom de bauxita.

No va ser fins al 1825 que es va aïllar l'alumini, gràcies a Hans Christian Oersted. Entre el 1827 i el 1845, l'alemany Friedrich Wöhler va millorar el procés utilitzant potassi metàl·lic i clorur d'alumini, i va ser el primer en mesurar la seva densitat i veure la seva lleugeresa. Finalment, a l'any 1855, en l'Exposició Internacional de París, el francès Henri Sainte-Claire Deville, va exhibir per primer cop alumini pur, que havia obtingut de substituir el potassi que utilitzava Wöhler per sodi, [4-7].

4.1. Propietats físiques de l'alumini

L'alumini és un metall platejat molt lleuger, concretament té una densitat de 2,7 kg/m³. Presenta una baixa temperatura de fusió, al voltant dels 660 °C (ebullició als 2467 °C). Té una conductivitat tèrmica molt alta, el mateix que al conductivitat elèctrica. L'alumini té una resistència mecànica baixa, al voltant de 70 Mpa. Es un metall molt electropositiu i extremadament reactiu. Al contacte amb l'aire es cobreixen ràpidament amb una capa dura i transparent d'òxid d'alumini que resisteix la posterior acció corrosiva. Per això els components fets amb alumini no s'oxiden, sinó que la gran majoria es corroeixen fins que es forma la capa protectora d'òxid d'alumini o alúmina, [4-7].

Taula 4.1.-Propietats físiques de l'alumini

PROPIETAT, [unitat]	VALOR
Densitat, [kg/m ³]	2,71
Punt de fusió, [°C]	660
Resistivitat elèctrica, [W·mm ² /m]	0,028
Conductivitat tèrmica, [W/m·°C]	231
Mòdul elàstic, [N/mm ²]	69000
Límit elàstic, [N/mm ²]	17
Resistència al trencament, [N/mm ²]	55
Allargament unitari, [%]	25
Duresa, [HB]	20

L'alumini presenta una estructura cristal·lina cúbica centrada en las cares (FCC) que li dona una gran capacitat de deformació.

L'elevada quantitat d'energia elèctrica necessària per a la obtenció del metall a partir d'òxids, dificulta la seva major utilització; dificultat que pot compensar-se pel seu baix cost de reciclatge, la seva dilatada vida útil i l'estabilitat del seu preu.

4.2. Elements d'aliatge de l'alumini

L'alumini pur és un material dèbil, presenta poc interès per l'ús estructural degut a la poca resistència mecànica ($R_m = 40 \div 50 \text{ Mpa}$), per aquest motiu en el món de l'enginyeria no s'utilitza en estat pur sinó que en forma d'aliatges, millorant així, les seves característiques. Els principals elements per l'aliatge són el coure, zinc, silici, magnesi i manganès, aportant cadascun d'ells unes propietats específiques. Cal mencionar que el ferro sempre serà present als aliatges en forma d'impuresa.

4.3. Classificació i designació dels aliatges d'alumini

La designació dels aliatges d'alumini i dels seus estats bàsics més utilitzats internacionalment es la establerta per la "Aluminium Association", sent reconeguda per el "American National Standards Institute" (ANSI). El sistema de designació està breument descrit a continuació en concordança amb les normes ANSI H35.1 i H35.2. , la primera per els aliatges de forja, i la segona per els de fundició, [8].

El sistema de designació dels aliatges de forja està formada per quatre dígits:

- Primer dígit: constituent principal de l'aliatge.
- Segon dígit: variacions de l'aliatge inicial.
- Tercer i quart dígit: variacions individuals de l'aliatge.

Taula 4.2.-Designació dels aliatges d'alumini per forja.

DESIGNACIÓ	TIPUS D'ALIATGE
1xxx	Alumini amb una puresa mínima del 99.00%
2xxx	Al-Cu
3xxx	Al-Mn
4xxx	Al-Si
5xxx	Al-Mg
6xxx	Al-Mg-Si
7xxx	Al-Zn
8xxx	Altres aliatges d'alumini
9xxx	Sèrie no utilitzada

El sistema de designació d'aliatges per foneria està format per quatre dígits, separats el tercer i el quart per un punt:

- Primer dígit: constituent principal de l'aliatge.
- Segon i tercer dígit: designació específica de l'aliatge.
- Quart dígit: designació de fossa (0) o lingot (1,2).

Taula 4.3.-Designació dels aliatges d'alumini per foneria.

DESIGNACIÓ	TIPUS D'ALIATGE
1xx.x	Alumini amb una puresa mínima del 99.00%
2xx.x	Al-Cu
3xx.x	Al-Si+Cu i/o Mg
4xx.x	Al-Si
5xx.x	Al-Mg
6xx.x	Sèries poc habituals
7xx.x	Al-Zn
8xx.x	Al-Sn
9xx.x	Al-Altres elements

La fase matriu del MMC objecte d'aquest estudi ha estat un aliatge base Al-Si, de la sèrie 4000, amb una composició eutèctica del 12% de Si, tal i com es pot observar a la representació gràfica, Fig. 4.1.

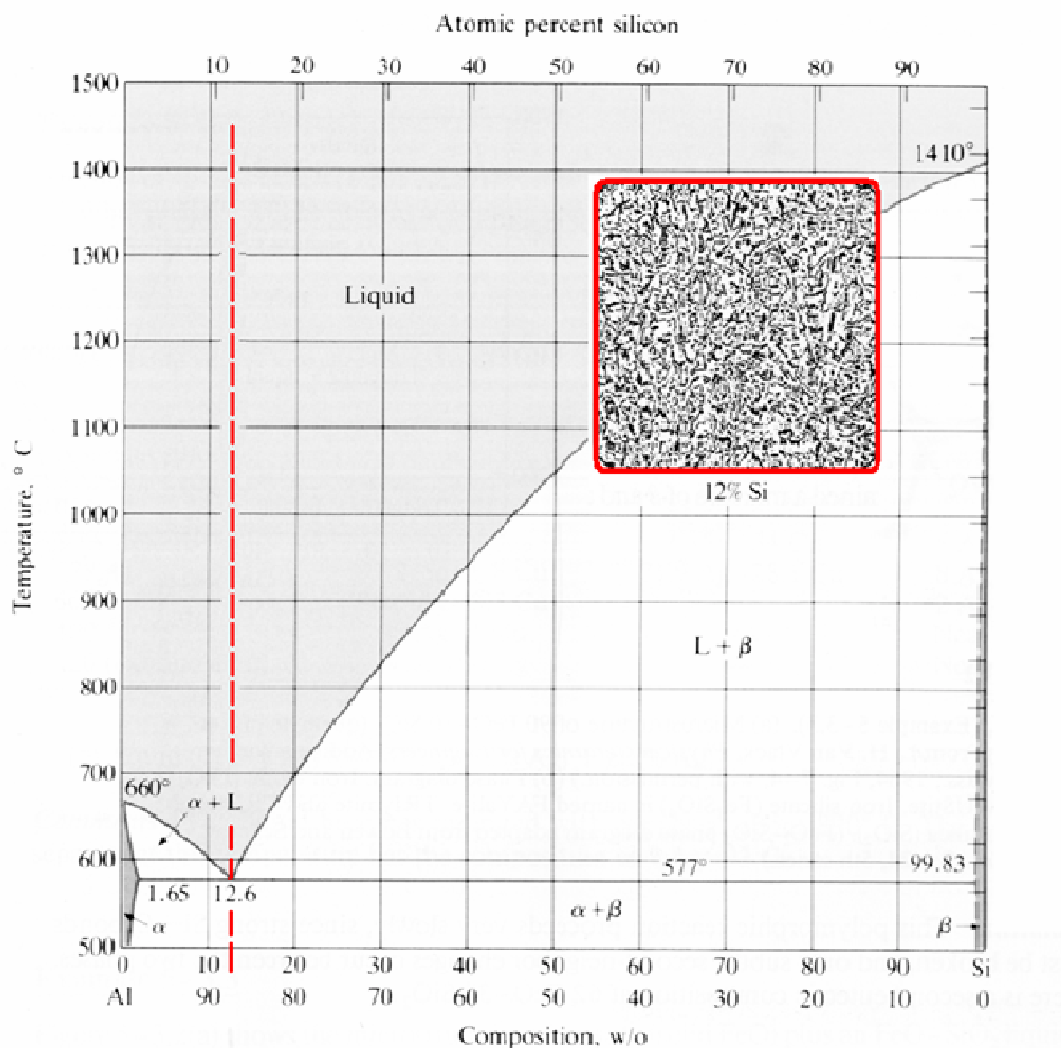


Fig. 4.1.-Diagrama de fases de l'aliatge d'Al12Si, [8].

4.4. Processos d'obtenció de pols

Existeixen diferents tipus de processos per a l'obtenció de pols de metalls, com són els **físics**, els **químics** i els **mecànics**. El procediment de fabricació condiciona les característiques de la pols; es a dir, mida, forma i distribució de mida de les seves partícules, estructura interna i estat superficial. Tot això afecta al comportament de la pols en el seu processat posterior.

En els següents apartat es fa referència a alguns dels processos més importants d'obtenció de pols, detallant-ne les característiques principals, [9].

4.4.1. Procediments Físics: Atomització

L'atomització consisteix en fondre un metall per després fer-lo passar a través d'un pulveritzador que fragmenta el metall líquid en petites gotetes, les quals són refredades a l'aire i solidifiquen abans d'entrar en contacte entre elles o amb una superfície sòlida.

Aquest procés és aplicable a tots aquells metalls que es puguin fondre. No obstant, s'aplica molt més en metalls com: ferro, coure, acers alumini, plom i zinc.

4.4.2. Procediments Químics: Electròlisi

Mitjançant l'electròlisi es pot obtenir pols d'una gran diversitat de metalls si s'escullen unes condicions de treball determinades, com són: la posició del metall en el bany electrolític, la força de l'electròlit, la diferència de potencial aplicada, la intensitat, la temperatura de treball, etc.

Per optimitzar el procés i obtenir les propietats desitjades poden ser necessaris processos paral·lels com per exemple: neteja, mescla, assecat, etc. Amb aquest procés de pulverització de metalls s'aconsegueix una alta densitat i puresa en la pols produïda.

Aquest procés s'utilitza habitualment per produir pols de coure, però també es pot utilitzar per obtenir pols de manganès, d'alumini o de crom.

4.4.3. Procediments Mecànics: Trituració mecànica

La trituració mecànica s'utilitza molt per produir pols extremadament fina. Això s'aconsegueix amb la pulverització mecànica en un molí de boles. Una de les seves característiques principals rau en la utilització de metalls ja pulveritzats com a matèria primera.

5. Fonaments teòrics

Per poder treballar amb alumini i aconseguir millorar les seves propietats, en especial la duresa, mitjançant una reducció de la mida de gra, cal primer conèixer una sèrie de normes bàsiques sobre les propietats i el comportaments dels metalls.

5.1. Enduriment de metalls

Per entendre l'efecte de l'augment de la duresa d'un metall en relació amb la reducció de la mida de gra, cal primer conèixer l'estructura cristal·lina dels metalls i tenir certes nocions sobre la creació i moviment de dislocacions en l'estructura i el comportament mecànic dels metalls, com pot ser la deformació plàstica. A continuació, s'expliquen els conceptes més importants que ajuden a entendre millor el procés en el que es basa el present estudi objecte d'aquest projecte.

5.1.1. Estructura cristal·lina

Els materials sòlids es poden classificar depenent de l'ordre o regularitat amb el qual es situïn els seus àtoms en una escala microscòpica. En els materials cristal·lins, els àtoms adquireixen una disposició d'estructura reiterativa, es a dir, es col·loquen segons un patró tridimensional repetitiu, on cada àtom s'enllaça d'una forma predeterminada amb l'adjacent. En el cas dels metalls, i en condicions normals de solidificació, aquests adquireixen estructures cristal·lines.

La forma d'aquesta estructura és determinant i afecta directament en algunes de les propietats més importants dels materials en estat sòlid. La majoria dels metalls més corrents cristal·litzen en una de les tres estructures predominants. Aquestes són: **estructura cúbica centrada en les cares, FCC** (Face Centered Cube), **estructura cúbica centrada en el cos, BCC** (Body Centered Cube), o **estructura hexagonal compacta, HCP** (Hexagonal Close Packed). Aquestes estructures metàl·liques es poden fragmentar fins a aconseguir una estructura mínima que es va repetint, anomenada cel·la unitat, i la qual representa la simetria pròpia de l'estructura cristal·lina. Aquesta cel·la unitat sol ser formada per un paral·lelepípede o prisma amb tres parelles de cares paral·leles, [4-7,10,11].

5.1.2. Tipus d'estructura cristal·lina

➤ **Cúbica centrada en les cares (FCC)**

Aquesta estructura conté àtoms a totes les arestes i els centres de cadascuna de les cares del cub. Cada àtom d'una aresta és el mateix àtom del cub adjacent, i per tant hi ha vuit cel·les unitat per a cada àtom d'una aresta. A més, cada àtom centrat en una cara del cub es comparteix amb el cub del costat. Així doncs, la cel·la unitat FCC consta de quatre àtoms complets; vuit vuitens d'àtom de les arestes i sis meitats de les cares del cub. En la Fig. 5.1. es poden veure diversos esquemes de l'estructura FCC.

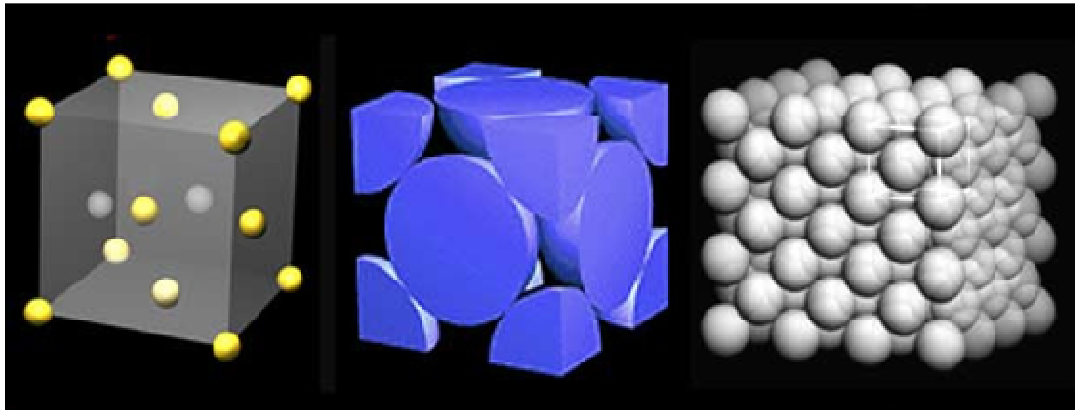


Fig. 5.1.-D'esquerra a dreta; distribució d'àtoms en estructura FCC, repartiment d'àtoms en cel·la unitat i extensió d'una estructura cristal·lina FCC, [6].

➤ **Cúbica centrada en el cos (BCC)**

La cel·la unitat BCC consta d'un àtom a cada un dels vèrtexs del cub i un àtom al centre del cub. Com en l'estructura FCC, cada àtom d'una aresta és el mateix dels vuit cubs del costat. Per tant, la cel·la unitat BCC consta d'un total de dos àtoms, vuit vuitens de les arestes i un àtom complet al centre. En la Fig. 5.2. podem observar l'esquema de l'estructura.

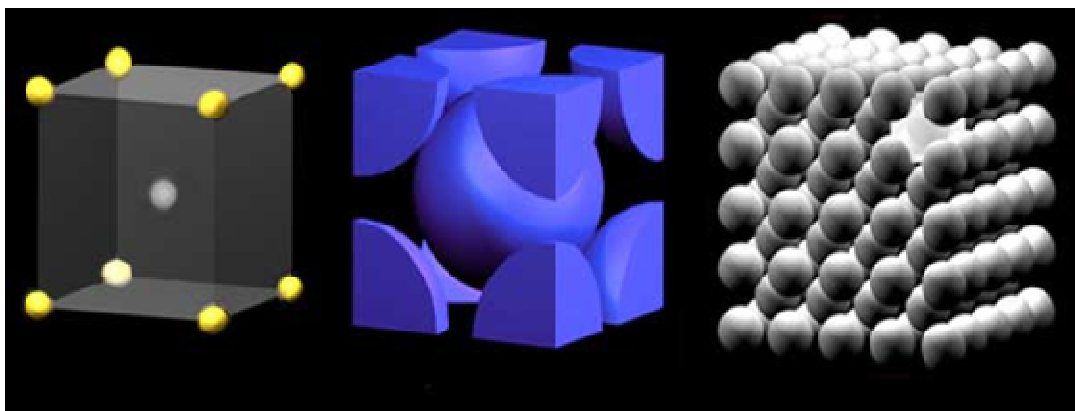


Fig. 5.2.-D'esquerra a dreta: distribució àtoms en estructura BCC, repartiment d'àtoms en cel·la unitat i extensió d'una estructura cristal·lina BCC, [6].

➤ **Hexagonal compacta (HCP)**

Una cel·la unitat d'una estructura HCP està constituïda per tres capes d'àtoms, els quals s'alineen amb un desplaçament concret per formar l'estructura. Així doncs, els àtoms i la capa central s'alineen de forma que omplen els espais buits que hi ha en les dues capes que l'envolten. En aquesta estructura, les capes externes consten de sis àtoms als vèrtexs i un àtom central, mentre que en la capa del mig hi ha tres àtoms. Els àtoms de les dues capes externes es comparteixen amb les capes adjacents. En total hi ha sis àtoms en la cel·la unitat de l'estructura HCP. Dotze sisens en els vèrtexs, dues meitats a cada una de les cares externes i tres al centre. La Fig. 5.3. detalla la distribució dels àtoms en l'estructura.

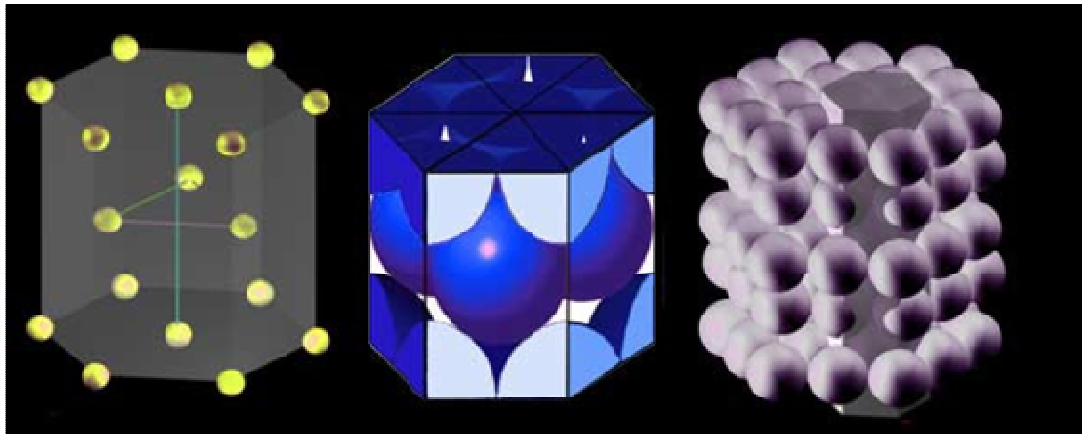


Fig. 5.3.-D'esquerra a dreta: distribució àtoms en estructura HCP, repartiment d'àtoms en cel·la unitat i extensió d'una estructura cristal·lina HCP, [6].

5.1.3. Materials pol·licristalins

Els materials que contenen en la seva estructura més d'una orientació dels cristalls s'anomenen materials policristal·lins. La formació d'aquests cristalls ve donada per la forma en què solidifica el material juntament amb la seva composició. Les diferents etapes de solidificació i els seus efectes són els següents, [4,6]:

1. El material, fos, es comença a solidificar i apareixen petits cristalls o nuclis, els quals tenen una orientació cristal·logràfica aleatòria.
2. En aquests nuclis es van adherint àtoms del material fos (que es va solidificant) i la seva estructura va creixent, creant així el que hem anomenat grans. Per tant, un gra és una porció de la xarxa del material que segueix un patró estructural concret.
3. Quan dos grans estructurals es troben en el seu creixement, es crea el que s'anomena límit de gra, on l'estructura cristal·lina ha d'aturar el seu creixement perquè no pot seguir expandint-se en la direcció de la seva estructura (degut a que el gra adjacent té una direcció diferent).

5.1.4. Dislocacions

Tot i que la distribució dels àtoms de l'estructura cristal·lina dels materials metàl·lics es considera perfecta, sempre existeixen distorsions en la xarxa originades per diverses causes que donen propietats característiques als materials. La conseqüència d'aquestes distorsions és una inestabilitat en l'estructura que afecta al comportament dels materials. Aquest canvi en el comportament es pot traduir en un canvi en el comportament quan el material ha de suportar un esforç, una variació de temperatura, una atmosfera corrosiva, etc.

Aquestes irregularitats han de tenir una mida mínima d'un diàmetre atòmic aproximadament per ser considerades defectes en l'estructura cristal·lina. D'aquests defectes, els que més afecten les propietats mecàniques del material són

els coneguts com a **defectes de línia** o **dislocacions**, encara que n'existeixen d'altres com són els defectes de punt o vacants i els interfacials o macles. Tots ells provoquen una imperfecció en la geometria de l'estructura cristal·lina.

Una dislocació es un defecte lineal o unidimensional en torn a alguns àtoms desalineats. Existeixen diferents tipus de dislocacions les quals s'especifiquen a continuació, [4-7,10,11]:

- **Dislocació de falca:** apareix quan es crea un semiplà d'àtoms que no té continuïtat i per tant trenca la distribució normal d'àtoms dins de la xarxa cristal·lina provocant una irregularitat. Aquest pla al no estar tant fixat es pot desplaçar o pot desplaçar a altres plans i així modificar l'estructura cristal·lina inicial. El pla sobre del qual es pot desplaçar la dislocació s'anomena pla de lliscament.
- **Dislocació helicoïdal:** es forma al aplicar un esforç de cisalla sobre el material, el que provoca que la part superior del cristall llisqui una unitat atòmica en qualsevol direcció respecte a la part inferior.

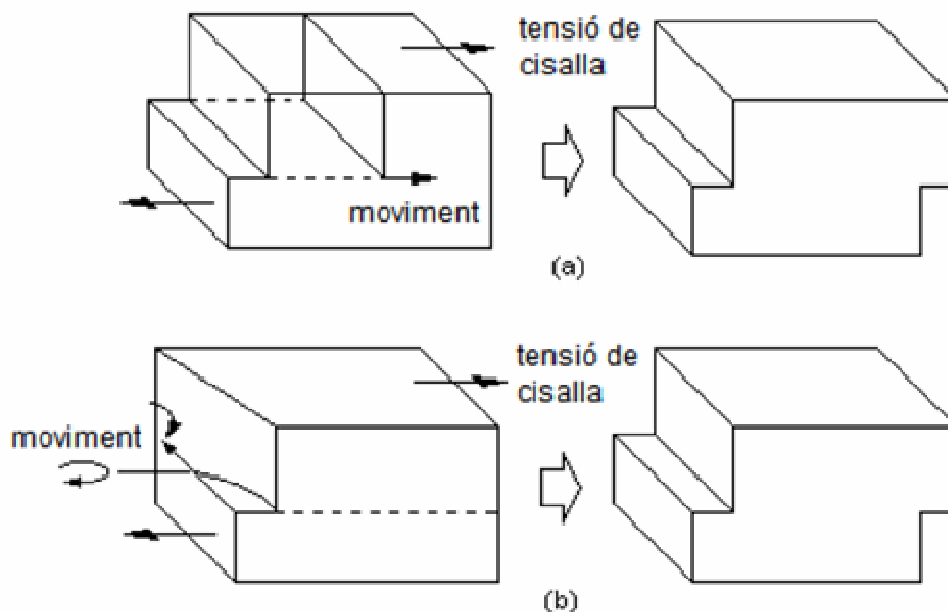


Fig. 5.4.-a) Dislocació de falca; b) Dislocació helicoïdal; [5].

- **Dislocacions mixtes:** Son les que apareixen amb major freqüència en els material cristal·lins i són el resultat de la combinació de dislocacions helicoïdals i de cunya.

La magnitud i la direcció de les distorsions s'expressen mitjançant el vector Burgers, designat per b . La naturalesa d'una dislocació ve donada per les orientacions relatives de la línia de dislocació i per el vector Burgers; en una dislocació de cunya són perpendiculars i en una del tipus helicoïdal són vectors paral·lels. En una dislocació mixta no són ni perpendiculars ni paral·lels.

5.1.5. Relació entre les dislocacions i la deformació plàstica

Quan en l'estructura cristal·lina d'un material hi ha un gran nombre de dislocacions, apareix la deformació plàstica. L'existència d'aquestes dislocacions en l'estructura permet un lliscament més fàcil dels plans amb una tensió aplicada menor.

Aquest lliscament es produeix per determinades forces externes que es transmeten als grans de l'estructura i que provoquen en cada un d'ells una força interna, o el que és el mateix, un estat tensional. Quan aquesta tensió interna és suficientment gran com per moure l'àtom de la seva posició de forma permanent, es produeix l'anomenada deformació plàstica. Si a més, existeixen dislocacions en l'estructura, la tensió interna necessària per a moure l'àtom disminueix considerablement, donat que per aconseguir el mateix grau de deformació plàstica necessitem una tensió externa molt més petita, [4,6,10].

5.1.6. Millora de les propietats mecàniques

Segons el tipus d'estructura cristal·logràfica i la dimensió dels grans, el material tindrà unes propietats o unes altres. La propietat més destacable que depèn de la mida de gra és la duresa del material. Com més petit sigui la mida de gra, més dur serà el material, però també serà més fràgil. En canvi, com més gran sigui la mida de gra, més tou serà el material, però també més tenaç.

La capacitat d'un metall per deformar-se plàsticament depèn de la capacitat de les dislocacions per a moure's i facilitar el lliscament dels plans. Una dislocació es mourà fins que trobi un límit de gra. En aquest punt s'aturarà perquè troba una estructura cristal·lina diferent, per la qual no es pot moure. Per tant, com més petits són els grans del sòlid, més límits de gra hi ha i més limitat queda el moviment de les dislocacions. Donat que les propietats mecàniques (duresa, resistència del material, etc.) estan relacionades amb la facilitat amb la que la deformació plàstica pot ocórrer, la resistència mecànica es pot augmentar reduint la mobilitat de les dislocacions, és a dir, seran necessàries forces mecàniques més elevades per iniciar la deformació plàstica. Aquest fenomen és el que es denomina **mecanismes d'enduriment**. En el següent punt detallarem els mecanismes d'enduriment més importants i els explicarem de forma més acurada.

5.1.7. Mecanismes d'enduriment

Els materials policristal·lins es poden endurir per diversos mètodes:

- **Enduriment per dissolució sòlida:** aquest mètode es basa en alear els materials amb àtoms d'altres elements que formen solucions sòlides o intersticials.
- **Enduriment per deformació:** es tracta d'un fenomen pel qual un metall que té una elevada ductilitat s'endureix i es fa més resistent com més se sotmet a una deformació plàstica. S'anomena també acritud o enduriment per treball en fred (ja que es fa a temperatura ambient).
- **Enduriment per reducció de la mida de gra:** aquest mètode es basa en el fet de que els grans adjacents entre ells tenen un límit de gra comú i per tant

les seves orientacions cristal·logràfiques en aquesta línia són diferents. Al arribar al límit de gra, la dislocació no pot continuar avançant i per continuar la deformació s'ha de generar una nova dislocació, fet que implica un increment en l'energia necessària per a deformar el material i per tant una major duresa del mateix. El límit de gra actua com una barrera en contra del moviment de les dislocacions per dues raons:

- Atès a que els grans tenen orientacions diferents, perquè una dislocació passi a un altre gra haurà de canviar la direcció en el seu moviment. Aquest efecte és fa més difícil com més gran és la diferència entre les direccions cristal·logràfiques dels dos grans.
- El desordre atòmic dintre del límit de gra produirà una discontinuïtat dels plans de lliscament entre un gra i l'altre, cosa que també dificultarà el pas de la dislocació.

Com ja hem dit, el fet que es frenin les dislocacions provoca que per dur a terme una deformació sigui necessària aplicar una força externa major, el qual es tradueix en una major duresa del material. Per tant, com més límits de gra hi hagi en l'estructura més dur i més resistent serà el material, i això ho aconseguirem reduint la mida de gra.

Aquest comportament queda definit en l'equació de Hall-Petch:

$$\sigma_y = \sigma_o + \frac{k_y}{d^2}$$

On el límit elàstic σ_o es veu incrementat en funció d'una constant k_y del material i el diàmetre mig del gra, d , obtenint així el nou límit elàstic σ_y .

En la Fig. 5.5. es pot observar l'augment del límit elàstic en funció del diàmetre dels grans estructurals:

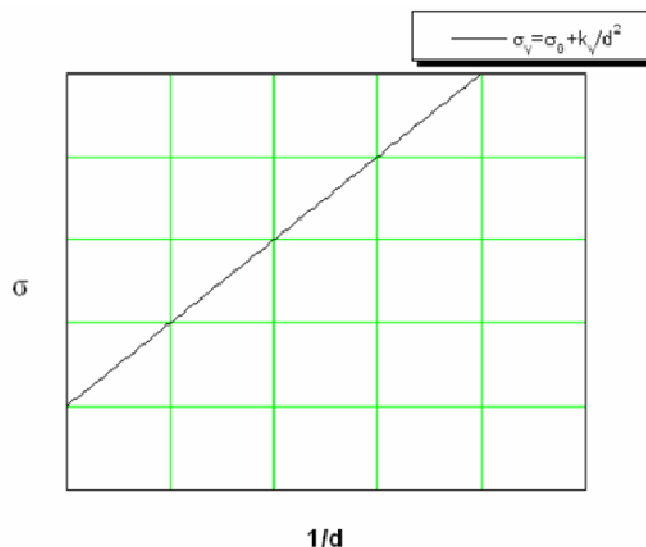


Fig. 5.5.-Representació gràfica de l'equació de Hall-Petch, [6].

Quan utilitzem l'equació de Hall-Petch hem de tenir en compte, però, que estem treballant amb un material nanocristal·lí, i que per tant aquesta equació no es compleix en tals condicions. Segons Akhtar S. Khan [1], quan el rang de la mida de gra es troba en el punt de canvi de micròmetres a nanòmetres existeix una relació bilinear, caracteritzada a partir de la realització d'experiments, la qual s'ajusta millor a la realitat del que ho fa l'equació de Hall-Petch. Aquesta relació es mostra en la Fig. 5.6., [12]:

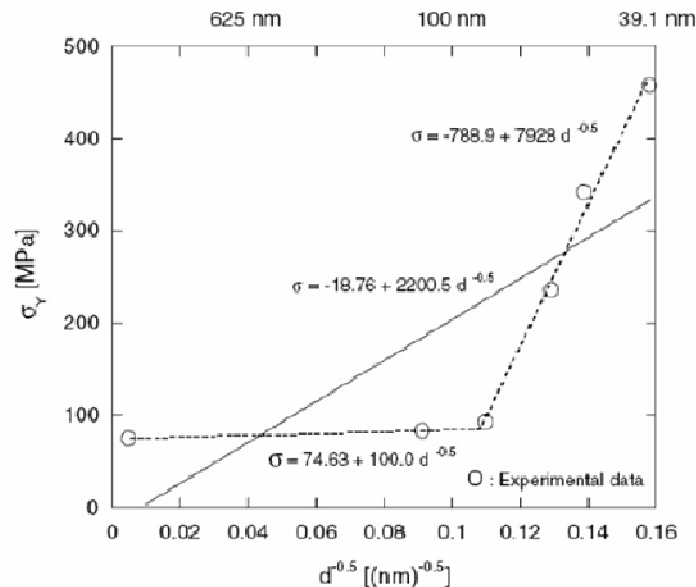


Fig. 5.6.-Límit elàstic (σ_y) Vs inversa arrel quadrada de mida de gra ($d^{0.5}$) per alumini nanocristal·lí resposta a una velocitat de deformació de $0,0001 \text{ s}^{-1}$; aproximat per Hall-Petch lineal (línia contínua) i bilineal (línia de punts), [12].

Podem concloure en aquest punt que totes les tècniques d'enduriment es basen en el principi següent: la restricció i l'impediment en el moviment de les dislocacions permet un augment de la duresa i de la resistència del material.

5.1.8. Obtenció de gra nanomètric per deformació

L'obtenció de gra nanomètric està formada per diverses etapes. En una primera etapa de deformació les partícules d'alumini, pràcticament esfèrica, s'aixafen i es formen làmines cada vegada més fines; es pot comparar en la Fig. 5.7. a i b. En aquesta fase el material s'endureix molt poc i el gra es deforma lentament.

Quan les làmines són prou fines i tenen una duresa prou elevada, es comencen a trencar, donant com a resultat una pols amb una forma més arrodonida, com es veu en la Fig. 5.7 b i c. A partir d'aquest punt es produeix un ràpid enduriment de les partícules i la deformació en el seu interior es fa més efectiva. Llavors s'arriba a un grau de deformació on les dislocacions necessiten molta energia per moure's donat que tenen molt limitat el seu moviment. Aquesta alta densitat de dislocacions dins el gra permet la reducció de la seva mida, i dona com a resultat la formació d'una estructura cel·lular de dislocacions. Les etapes de creació de dislocacions i de reducció de mida de gra es mostren en la Fig. 5.8., [6,13,14].

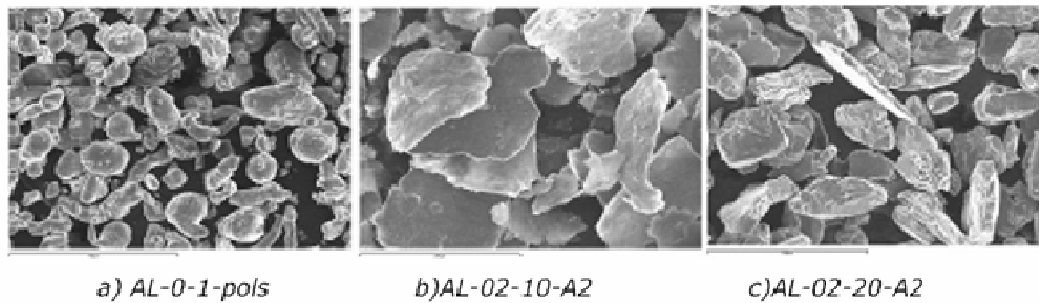
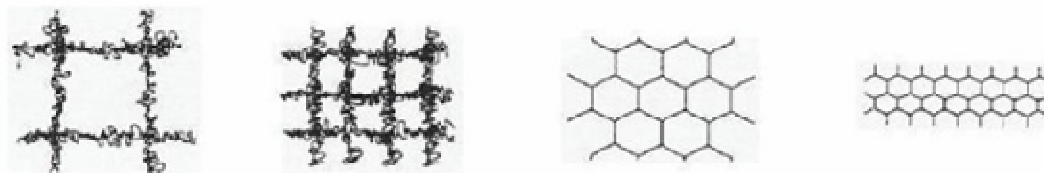


Fig. 5.7.-Evolució de la morfologia de la pols d'alumini en un procés de deformació severa en molí i analitzada per SEM. a) pols sense moldre; b) pols mòlta 10 hores; c) pols mòlta 20 hores, [13].



Augment de les dislocacions – Transició de dislocació a límit de gra – Afinitat

Fig. 5.8.-Etapas de formació de gra nanomètric, [13].

L'estructura nanomètrica apareix quan les parets de l'estructura cel·lular de les dislocacions es transformen en límits de gra. Aquesta transformació és possible, aparentment, degut a la deformació severa que sofreixen les partícules. Així doncs, quan l'energia de les dislocacions en les parets del gra és superior a l'energia associada al límit de gra, es produeix la transformació de paret de dislocació a límit de gra. Degut a aquest efecte, l'estructura micromètrica passa a una estructura nanomètrica, cosa que suposa un augment de la duresa.

Hi ha estudis en els quals s'ha pogut aconseguir metalls purs amb gra nanomètric mitjançant aquesta tècnica. No obstant això, no s'ha pogut demostrar encara amb certesa absoluta que aquest sigui el procés exacte de reducció de gra per deformació severa en metalls d'una sola fase. Això significa que podrien entrar en joc altres factors en la deformació del gra que encara no s'han pogut determinar.

La incertesa del procés real, no obstant, no impedeix afirmar que la deformació severa és la raó directa i més important per la qual obtenim una estructura de grans nanomètrics en el material. Les teories més importants que afirmen que la deformació severa és el procés més important d'obtenció de nanocrystal·lització són les següents:

- Inicialment, la deformació es troba localitzada en les zones que pateixen esforços de cisalla, ajudant aquest fet a una creació molt densa de dislocacions, amb un nivell de tensió atòmica major al 3%.
- A un cert nivell de tensió, les dislocacions s'eliminen i es recombinen per formar límits de gra d'angle petit, creant així subgrans de mida nanomètrica.

- Finalment, l'orientació dels grans resultants és totalment aleatòria. Per aconseguir la reducció de la mida de gra fins a dimensions nanomètriques cal sotmetre la pols del material a un procés de deformació durant un període de temps llarg, sobretot per assolir una homogeneïtzació de les propietats en totes les partícules.

5.2. Mètodes d'obtenció de gra ultrafí

Amb el propòsit d'obtenir gra ultrafí, existeixen diversos mètodes per aconseguir-ho. Els més utilitzats són: **BM (Ball Milling)**, **ECAP (Equal Channel Angular Pressing)**, **SPTS (Severe Plastic Torsion Straining)** i **ARB (Accumulated Roll-Bond)**. Tots aquests processos són mètodes de deformació severa i es parteix sempre de material de mida micromètrica. Entre els esmentats, el mètode utilitzat en aquest estudi per a l'**obtenció de gra ultrafí (Ultra Fine Grain, UFG)** és el de deformació severa en molí attritor de boles (Ball Milling, BM). Seguidament explicarem cadascun dels mètodes, [6].

5.2.1. Ball Milling (M)

La mòlta mecànica, és un procés que tracta de reduir la pols del material primari introduint la pols en un tambor juntament amb boles d'acer o d'un altre material, que seran les encarregades de moldre la pols.

Els molins es caracteritzen, entre d'altres raons, per descriure una equació fàcil i de molta utilitat:

$$\text{Moment de molturació} = m \cdot V$$

On: m = massa
 V = velocitat

Aquesta fórmula relaciona directament la mida del medi molturant amb el volum a molturar introduït en el molí. Segons aquestes característiques, es poden dividir el tipus de molins segons la següents classificació, [15]:

- Molí de boles
- Attritor
- Attritor d'alta velocitat
- Molí de sorra
- Molí rotor/estator
- Molí dispersor sense boles
- Molí dispersor d'alta velocitat

Diferents tipus d'equips de molturació de gran energia s'utilitzen per a produir pols mecànicament aleats. Aquests difereixen en la seva capacitat, eficiència de molturació i els diferents sistemes de refrigeració, d'escalfament, etc. A continuació podem trobar una petita definició de cadascun d'aquests tipus, [16]:

- **Molí Spex:** va ser desenvolupat per Pulverize Spectrographic Samples, i actua agitant pols i boles dins els contenidors, en tres direccions mútuament perpendiculars.

- **Molí Planetari:** consisteix en un disc sol, o central, en el que es troben els contenidors amb la pols. El moviment del disc és unidireccional i els contenidors de pols ho fan també unidireccionalment, però en sentit contrari.
- **Molí Attritor:** consta d'un eix central amb pales, les quals tenen un moviment giratori que fa moure les boles dins el molí generant l'energia de col·lisió entre elles i la càrrega de pols.

5.2.2. Equal Chanell (ECAP)

El procés d'extrusió per canal angular a pressió conegut com ECAP (Equal Channel Angular Pressing), és un procés de Deformació Plàstica Severa (SPD). El procediment consta de fer passar el material en estudi diverses vegades a través d'una matriu adequadament preparada que consta de dos canals d'extrusió d'igual secció, i que s'intercepten en un angle determinat. El material és pressionat mitjançant un pistó de manera que es veu obligat a passar pels Canals d'extrusió. La càrrega aplicada dependrà de les propietats mecàniques que tingui el material en estudi.

Un aspecte a destacar és el fet de que poder passar el material diverses vegades per la mateixa matriu permet realitzar canvis en les trajectòries de la deformació per tal d'aconseguir les propietats desitjades. Aquestes trajectòries tenen influència directa en la deformació per cisalla produïda i en la textura que adopta el material.

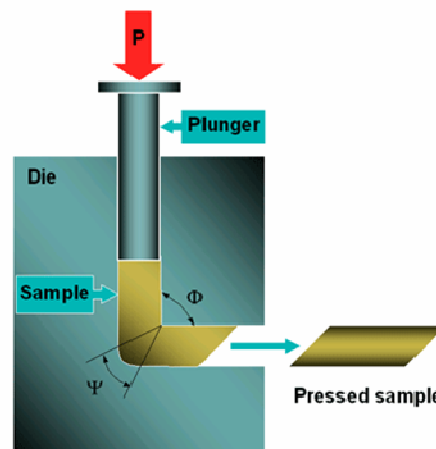


Fig. 5.9.-Extrusió per canal angular a pressió (ECAP), [WWW1].

5.2.3. Extrusió torsional (SPTS)

L'extrusió torsional (Severe Plastic Torsional Straining, SPTS) és un procés en el qual el material en estudi, el més comú és que se li doni forma de disc prim, es sotmet a una deformació per torsió sota una alta pressió hidrostàtica. Com es pot veure en la figura 5.10., quan el punxó inferior rota s'aconsegueix una deformació rotacional plàstica sobre el disc del material. La cavitat on està allotjat aquest disc permet que s'apliqui la pressió hidrostàtica pròpia del mètode.

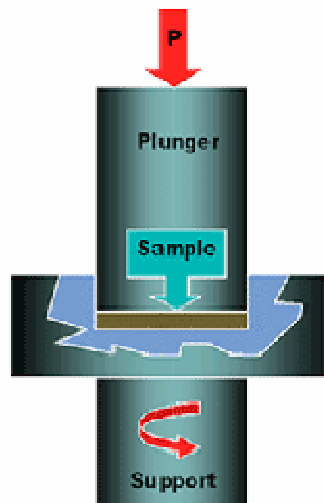


Fig. 5.10.-Extrusió Torsional, [WWW1].

5.2.4. Unió per laminació acumulada (ARB)

La unió per laminació acumulada (Accumulated Roll-Bond, ARB) consisteix en una reducció sistemàtica del gruix d'una xapa mitjançant un procés de laminació. Quan el material passa pel tren de laminació, es talla la xapa en dues parts iguals, i se situa una meitat sobre l'altra per a tornar-la a sotmetre a laminació. Les superfícies en contacte de les dues xapes són netejades i polides prèviament per aconseguir una bona unió. Aquest procés es repeteix de forma successiva fins a obtenir una gran deformació acumulada en la làmina, el qual produeix un afinament de gra i un augment de la duresa de la làmina. En aquest procés es poden incloure variacions tals com l'escalfament de la làmina per afavorir la seva deformació, però sempre per sota de la seva temperatura de recristal·lització.

5.3. Attritor Milling

L'Attritor és un equip de mòlta que conté internament boles en permanent agitació. Genèricament és conegut com "Molí de Boles Agitades".

El concepte més important en l'Attritor és que l'entrada de força és utilitzada directament per a l'agitació de les boles per a obtenir la mòlta, no essent emprada per a girar ni vibrar un tanc i/o dipòsit pesat de molturat a més de les boles, ja que els diferents equips existents centren l'energia despesa en fer girar o vibrar el tanc o les boles.

Consisteix en un tanc cilíndric de molturació, dins el qual s'hi troba un eix central rotatori dotat d'aspes giratòries, orientades radialment en diferents alçades però sempre en sentit horitzontal, la part exterior de les quals limita amb la superfície interior del recipient de molturat. Aquest recipient és estacionari i és on es troben les boles de trituració, el medi de molturat (hexà en el nostre cas) i el material a molturar (pols).

5.3.1. Característiques principals

Les característiques principals dels Molí Attritor són, [15]:

- Capacitat de molta ràpida i eficient.
- Simplicitat de funcionament.
- Baix consum energètic.
- Excel·lent control de temperatura.
- Necessitat baixa de manteniment.
- Elevada seguretat de funcionament.

La configuració del equip Attritor, a més de les característiques esmentades, permet un fàcil desmuntatge dels diferents components del mateix, a fi efecte de poder realitzar un rentat i netejat eficaç, un control i manteniment preventiu de l'equip i una fàcil i ràpida extracció de les mostres.

5.3.2. Procés de molturació

La molturació de la pols es produeix per una combinació dels xocs, i la fricció que s'ocasiona entre les boles i la pols en l'interior del molí. A causa del moviment produït dintre del tanc, es genera una gran quantitat d'energia dinàmica, la qual és reutilitzada íntegrament per a l'agitació de les boles i la conseqüent producció de pols molturada.

Degut a la rotació de les aspes del molí, les boles, juntament amb la pols, s'eleva gràcies a les ondulacions produïdes fins a una alçada determinada (Fig. 5.11), des d'on cauen girant sobre elles i colpejant-se entre si, o contra les aspes o les parets interiors del recipient. Contínuament durant la molta, la pols i les boles pugen i baixen sense parar. A cada volta es produeixen una sèrie de cops produïts per les boles, com a resultat dels quals s'obté la molturació del material.

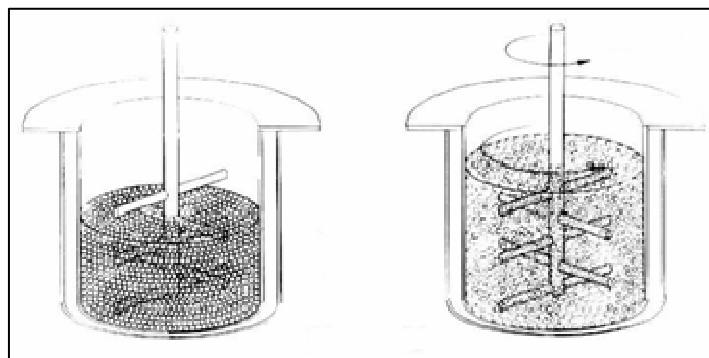


Fig. 5.11.-Tanc tipus (Standard) de molturat d'un molí attritor, [15].

Els braços agitadors o aspes possibiliten el lliure moviment tant de les partícules com de les boles, d'aquesta manera es crea una acció totalment aleatòria a través de tot el recipient, causant un moviment irregular en comptes d'un d'agrupat. Això afavoreix la gran quantitat d'impactes produïts i, per tant, la molturació de la pols.

Producte d'aquests cops, a la Fig. 5.12, on es veu una secció del braç agitador en funcionament, permet estudiar els diferents moviments d'impacte de les boles, i d'aquesta manera, seguir el procés de molturació de la pols:

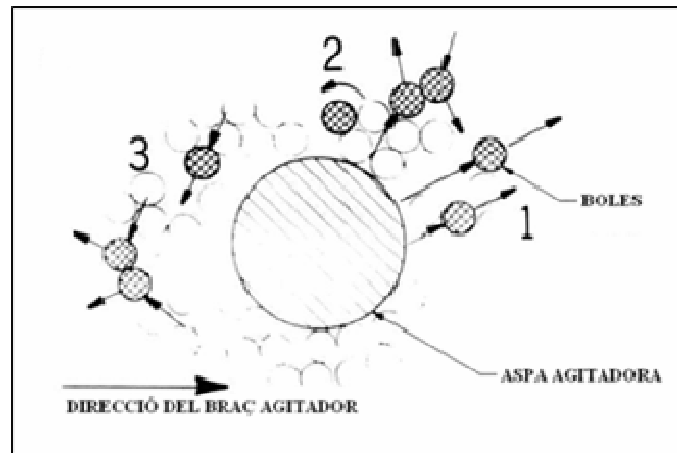


Fig. 5.12.-Esquema de l'impacte aspa-boles, [15].

El moviment número 1, mostra l'impacte del braç amb una bola, i com després, la mateixa bola xoca amb una altra bola. A conseqüència d'aquest tipus de xoc les boles adquireixen gran velocitat en la mateixa direcció que gira el braç del molí.

Les boles representades en el moviment número 2, prenen accions d'impacte i de força de tall per a la producció d'una molturació més fina i eficient. Aquesta acció d'impacte és present pel constant xoc entre les boles, degut al moviment irregular que presenten (moviment rotacional representat a la Fig. 5.13).

D'igual manera, les boles del moviment número 3, seran desviades per les que es trobin a les parts superior i inferior del braç, que aprofitaran el buit deixat per el braç, exerceixen una força rotacional en si mateixes, de manera que s'obté un moviment contrari al del gir de l'aspa agitadora.

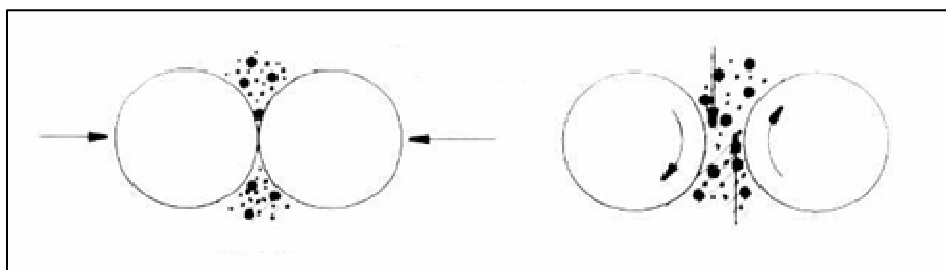


Fig. 5.13.-Moviment rotacional boles-màteria, [15].

Degut a l'energia que desprèn el procés, s'han de vigilar i evitar les possibles pujades de calor que es poguessin produir, i una reducció en la velocitat de funcionament del molí pot solucionar aquest sobreescalfament. Un mètode més eficient és fer circular un medi fred al voltant del recipient mitjançant la preparació d'un encamisat.

Al laboratori s'ha dut a terme la instal·lació d'un circuit de refrigeració. Aquest ha constatat d'un encamisat pel qual circula aigua destil·lada a temperatura ambient, suficient per controlar el sobreescalfament produït pel moviment del molí.

5.3.3. Tipus de molins Attritor

Existeixen diferents tipus de molins Attritor que poden ser utilitzats en processos de molturació en sec com en humit.

Freqüentment, els molins Attritor de laboratori estan dissenyats per a ser utilitzats a velocitats variables, i d'igual manera.

El funcionament dels molins Attritors es basen en la seva simplicitat de funcionament, ja que disposen d'un motor amb un sistema de posta en marxa senzill. Això permet regular la velocitat del molí, de manera que es pot disminuir en el moment de càrrega, i augmentar-la per a l'acció de molturació.

Existeixen tres tipus bàsics de molins Attritor, [15,WWW2]:

➤ **Attritor Bach**

L'Attritor Bach, consisteix en un recipient de paret doble que es omple amb boles de molturar. Aquesta camisa està dissenyada específicament per a que circuli aigua calent i/o freda o vapor de baixa pressió, de forma que permet controlar la temperatura del procés. El cos del recipient està normalment construït d'acer inoxidable.

Els molins Attritors destinats a la producció acostumen a estar equipats amb un sistema de bombeig integral, amb el qual mantenen la circulació durant el procés de molturació i així produir una acceleració de la trituració i la seva uniformitat. La bomba també pot ser utilitzada per la descàrrega de la pols.

Amb aquests tipus d'Attritor no és necessari una mescla anterior al triturat ja que aquesta es duu a terme a la càmera de molturació, és a dir, es pot afegir qualsevol material o additiu en qualsevol moment del procés. També es poden fer inspeccions durant el procés i, així, corregir les condicions de treball sense necessitat d'aturar el motor.

Aquests models també poden anar equipats amb mesuradors del parell mecànic, per tal de tenir una idea més exacta de l'energia produïda dins del molí. Amb aquests paràmetres es poden controlar canvis en la viscositat, la qualitat i determinar el temps de molturació.

Es disposa de sistemes Attritor tancats amb una coberta per tal de molturar sota atmosferes de gasos inerts.

L'Attritor es pot utilitzar per molturar ferrites dures o suaus, carbur de tungstèn, cobalt, alumini i altres pols de metalls, materials ceràmics, pigments durs de moldre, productes farmacèutics i plàstics, etc.

➤ Attritor Continu

Existeixen dos prototips per a aquests tipus d' Attritor:

- Màquines "C": són les més adients per a la producció de grans quantitats de material.
- Màquines "H": estan construïdes iguals que les màquines de model C, amb la diferència de que aquesta utilitza boles més petites (2-3mm) i treballa a un 60-70% més ràpid.

Tots dos estan formats per un tanc alt i encamisat per el que la barreja és bombejada pel fons i descarregada per la part superior del tanc. Està dotat de reixes en els seu interior (a la part superior i a la part inferior) de manera que aquestes retenen les boles de molturació dins de l'equip. (Fig. 5.14.)

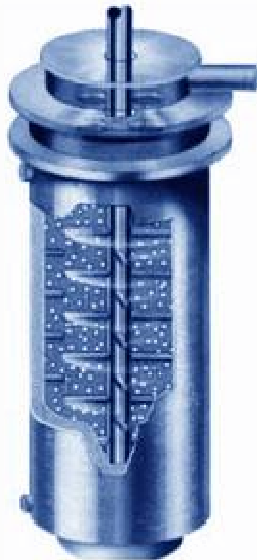


Fig. 5.14.-Attritor Continu, [WWW2].

Els Attritor continus poden ser instal·lats en sèrie. El primer tanc estaria dotat de boles de molturació de major mida i les obertures de les seves malles serien més amples de manera que pogués acceptar una major quantitat de medi a molturar. Les boles de la segona unitat han de ser de menor mida, de manera que el producte de pols obtingut sigui més fi.

Com es veurà en apartats posteriors, el temps de residència del material a molturar dins del molí és determinant per al producte a obtenir. En aquests sistemes el temps de residència del material dins l' Attritor és controlat per la bomba de la que disposen: a menor capacitat de la bomba, s'aconsegueix més temps de permanència del medi a molturar dins del molí i, per tant, un producte més fi.

Els molins Attritor continus són emprats normalment per a la indústria del paper (moltures de carbonat càlcic i fangs), la indústria tèxtil (molturació de carbó i compostos) i la indústria química (tritració i mescla de varietats de materials químiques).

➤ **Attritor de circulació**

Aquests models són una combinació d'un Attritor i un tanc aproximadament 10 vegades més gran que el molí, on es duu a terme el pre-barrejat del material a molturar. Una de les característiques principals del sistema és l'elevada circulació o bombeig amb la que treballa, ja que el contingut total del tanc que conté la pre-barreja passa a través de l'Attritor cada 7-8 minuts, aconseguint una molturació ràpida i una millor distribució de la mida de la partícula resultant. (Fig. 5.15)

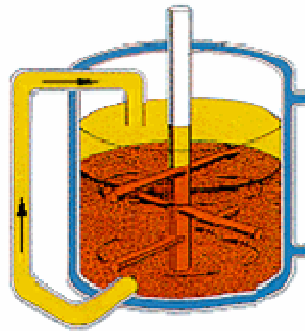


Fig. 5.15.-Attritor de circulació.

Una de les avantatges d'aquest sistema és la gran quantitat de material que pot ser triturat amb una quantitat petita de boles. Això és degut a la recirculació de material per mitjà de la combinació tanc-molí, la qual permet arribar a la mida de partícula desitjada a causa de les múltiples passades que fa a través del molí.

Amb aquests models també s'aconsegueix un millor control de la temperatura del procés per dues raons:

- El tanc de pre-barrejat consta d'un encamisat per al refredament o escalfament del procés, i això el fa actuar com a tanc de calor.
- El material a molturar fa passades molt ràpides a través del molí, entre 20-30 segons per passada, amb lo qual no dóna temps a que el procés assoleixi una temperatura elevada.

Amb aquest model s'han aconseguit bons resultats a l'hora de crear productes agrícoles, pintures i tintes, recobriments industrials, dispersions ceràmiques i de carbó, etc.

5.3.4. Variables influents en la molturació

Anteriorment, s'han esmentat variables que influeixen en el producte final obtingut. Aquestes variables o factors s'han d'estudiar i determinar prèvia posta en marxa del molí per tal d'aconseguir la pols desitjada. Algunes d'aquestes variables són, [16]:

- Tipus de molturació
- Velocitat del molí
- Recipient de molturació

- Medi molturant
- Temps de molturació
- Capacitat de l'equip o sistema de molturació
- Boles de molturació
- Relació bola/pols
- Atmosfera de molturació
- Agents de control de procés
- Temperatura de molturació

Cal estudiar aquests paràmetres funcionals per tal d'optimitzar el treball dut a terme pel molí i d'aquesta manera obtenir un bon resultat final de la manera més ràpida i eficient possible.

L'equació desenvolupada per l'Attritor que ens permet relacionar el temps de molturació en front del diàmetre de la bola i la velocitat de l'agitador, es un clar exemple d'aquesta importància, [15].

$$T = \frac{K \cdot D}{\sqrt{N}}$$

On: T = temps de molturació per aconseguir la mida de gra desitjada.
K = cte. determinada en funció del tipus de material, medi i model d'Attritor utilitzat.
D = diàmetre de la bola
N = velocitat angular de l'eix del molí [rpm]

Aquesta equació ens relaciona la velocitat i el temps de molturat, tot demostrant que un incrementant de la velocitat del molí disminueix el temps de molturació, i a l'inrevés, però tenint en compte que un increment de la velocitat requerirà de majors nivells d'energia.

5.3.4.1. Velocitat del molí

La velocitat de gir amb la que treballa el molí pot actuar com a factor de reducció de l'energia dinàmica que desprèn el procés, però també resulta un paràmetre estretament relacionat amb la mida del gra que es vol aconseguir.

La velocitat òptima de gir per a la obtenció d'un millor triturat s'assoleix quan la força centrípeta actua de forma que les boles impacten amb més força contra les parets del recipient, evitant així el que es coneix com a efecte cascada (Fig. 5.16.).

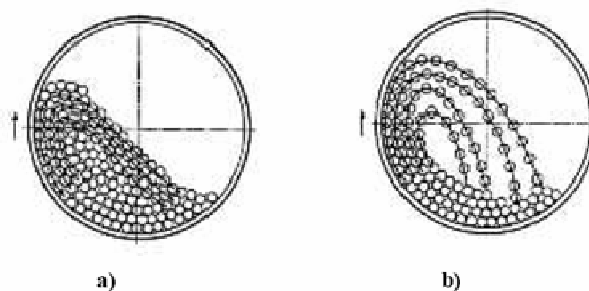


Fig. 5.16.-Descripció de l'efecte cascada en la molturació;a) Inadequada; b) Adequada.

Aquesta optimització de la velocitat s'estableix per correlació amb la velocitat crítica, a la qual evidentment no convé arribar-hi. La velocitat crítica (V_c) depèn del diàmetre del molí i per calcular-la cal fer un balanç de forces del qual s'extreu la següent formula, [16]:

$$V_c = \frac{D}{\sqrt{42,3}}$$

On el diàmetre del recipient (D) està expressat en metres.

5.3.4.2. Recipient de molturació

El recipient de molturació d'un Attritor té forma cilíndrica i generalment són d'acer inoxidable, tot i que se'n fabriquen amb altres materials per tal d'evitar principalment fenòmens de contaminació del material molturat. Tenen una capacitat mitja d'entre 1,5 dm³ fins a 11 dm³, encara que es comercialitzen accessoris d'altres materials de fins a 30 dm³ de capacitat.

La capacitat de treball d'un recipient és la meitat de la capacitat total per permetre la lliure circulació tant de les boles com del medi a molturar.

És inevitable un cert grau de **contaminació** del material molturat, degut a la contaminació inherent del propi sistema, a causa del material del recipient i les aspes, així com de les boles. El material, tant del recipient com del medi molturant, ha de tenir una duresa superior a la duresa del material a molturar, tot i això, a causa del desgast produït pels impactes es produeix una contaminació d'un cert percentatge (fins a un 2% aproximadament).

5.3.4.3. Medi molturant: Boles

Molts dels factors que ens fan escollir entre l'amplic ventall de boles comercials per als molins de molturació, estan interrelacionats i seran determinants per a la pols a obtenir. Uns dels factors a tenir en compte són el pes específic, la duresa, el pH pel que fa la bola, la mida inicial del medi a molturar i la mida final pel que fa la pols i altres factors com poden ser la disponibilitat i el cost de les boles.

En quant a el material de les boles a utilitzar per dur a terme la trituració té una influència notable en el procés. Els tipus de boles utilitzades normalment en els molins tipus Attritor es diferencien principalment pel material de fabricació i la mida. Una classificació segons el material podria diferenciar-se entre boles metàl·liques i boles no metàl·liques. Dins les boles metàl·liques s'hi troben les d'acer al carboni, acer inoxidable, acer-crom; i en les boles no metàl·liques hi ha una gran varietat de boles, ceràmiques, d'Alúmina, de vidre, de plàstics, entre moltes altres.

5.4. Granulometria làser

La difracció de llum làser es la tècnica més emprada per a mesurar la distribució de mida de partícula en el rang entre les 0,04 i les 200 micres. Aquesta tècnica es basa en el anàlisi (deconvolució) dels patrons de llum dispersa produïts quan les partícules en suspensió de diferents mides són il·luminades amb un feix de llum làser.

Gràcies a la aplicació de les teories de Fraunhofer i Mie es possible obtenir la distribució de mida de partícula dels patrons de difracció de llum.

5.5. Fonaments de compactació de pols

Per fabricar una peça a partir de pols metàl·liques, cal dur a terme un procés de compactació per tal de donar-los una forma determinada. Aquest procés forma part de la metal·lúrgia de pols i consta de dos etapes de fabricació com són la **barreja** i la **compactació**, [9].

5.5.1. Barrejat

Per a la obtenció de bons resultats en la compactació, la pols ha de ser perfectament homogènia abans del procés. Per tal d'aconseguir-ho es realitza la barreja, generalment per mitjans mecànics.

Durant l'etapa del barrejat s'ha d'arribar a una barreja homogènia dels materials, on sovint cal afegir lubricants, aglutinants i/o desfloculants. La principal funció del lubricant és la de reduir la fricció entre la pols metàl·lica i les superfícies de les eines utilitzades, la del aglutinant és aconseguir una resistència adequada en les parts premades i el desfloculant, inhibeix l'aglomeració de la pols i millora el flux durant l'alimentació i així aconseguir una densitat uniforme en tot el compactat.

S'ha de tenir gran cura en l'elecció d'aquests materials, ja que poden aparèixer efectes adversos en les dureses del compactat. Altra precaució que s'ha de tenir en aquesta etapa del procés és la de no sobre barrejar, ja que s'augmenta la densitat aparent de la barreja i redueix la duresa de la peça.

5.5.2. Compactació

En la compactació, s'aplica gran pressió a la pols per tal de donar-li la forma desitjada. El mètode tradicional de compactació és el premsat, en el qual un punxó, o dos oposats, pressionen la pols continguda dins una matriu. La peça resultant d'aquest procés es anomena compactat en verd o en cru, aquests termes signifiquen que la peça no està completament processada. Com a resultat del premsat, la densitat de la peça, anomenada densitat verda, és molt més gran que la densitat volumètrica inicial. La resistència verda de la peça quan està premsada, és adequada per poder ser manipulada, però molt inferior a la que s'obté després del sinteritzat.

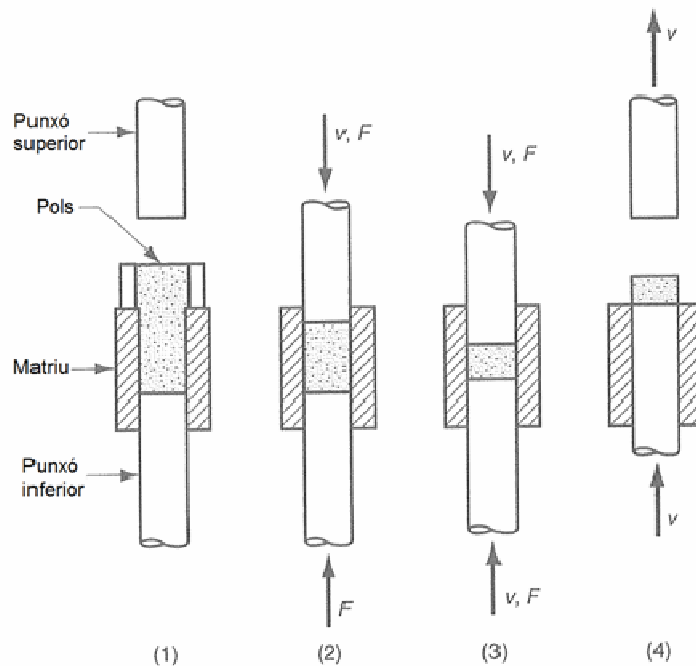


Fig. 5.17.-Il·lustració del procés de compactació biaxial, [9].

La pressió que s'aplica a la compactació produeix que s'eliminin els ponts que es formen durant l'operació d'omplert, redueix l'espai de porus i incrementa el nombre de punts de contacte entre les partícules. Al incrementar la pressió les partícules es deformen plàsticament, provocant que l'àrea de contacte entre partícules augmenti i entrin en contacte partícules addicionals. Això ve acompanyat d'una reducció posterior del volum dels porus.

- **Compactació en calent:** ens permet augmentar considerablement la densitat del compactat amb un cost extra molt baix. L'únic que requereix es que la barreja, la matriu i totes les eines utilitzades per a la compactació sigui escalfada a una temperatura de 130 – 1500°C depenent del material a utilitzar. Al utilitzar aquest mètode, la resistència de la peça es veu incrementada.

Les premses emprades per a la compactació convencional en la metal·lúrgia de pols són mecàniques, hidràuliques o una combinació de les dues. Les premses es poden classificar en:

- Premsat en una direcció, amb premses d'acció simple.
- Premsat en dues direccions, amb diversos tipus de premses incloent-hi les de punxons oposats, de doble acció o de múltiple acció.

5.5.3. Mètodes de compactació alternatius

- **Premsat isostàtic:** Una característica del premsat convencional és que la pressió s'aplica uniaxialment. Això imposa limitacions en la geometria de la peça, ja que la pols metàl·lica no flueix fàcilment en direcció perpendicular a

l'aplicació de la pressió. El premsat uniaxial també presenta variacions de densitat en la compactació, després del premsat. En el premsat isostàtic, la pressió s'aplica en totes direccions, mitjançant pressió hidràulica, contra la pols continguda en un motlle flexible.

- **Moldeig per injecció de pols:** Va associat directament amb la indústria del plàstic. Els passos a seguir per a la conformació d'una peça són els següents: 1) la pols metàl·lica es mescla correctament amb els aglutinants apropiats; 2) es formen pelets granulars amb la mescla; 3) els pelets s'escalfen a la temperatura de moldeig; 4) es processa la peça per treure'n l'aglomerant mitjançant varies tècniques tèrmiques; 5) La peça se sinteritza; 6) s'executen les operacions secundàries que es requereixin.
- **Laminatge de pols:** La pols pot ser comprimida en una operació de laminatge per a la formació de material metàl·lic en tires. La pols metàl·lica es compacten entre dos rodets per formar una tira verda que s'alimenta directament a un forn de sinteritzat. Després es refreda, es lamina i es resinteritza.
- **Extrusió de pols:** La pols es col·loca al buit dins un llauna de làmina metàl·lica hermètica, s'escalfen i s'extreuen juntament amb el recipient.
- **Forja de pols:** En aquest cas, la part inicial és un peça pre-formada mitjançant compactació i sinterització a la mida apropiada. Aquest mètode presenta grans avantatges com: el cost de les eines és més baix, es requereixen pocs cops durant la forja i es malgasta poc material.

5.6. Caracterització mecànica: Duresa

5.6.1. Duresa

La duresa és una propietat mecànica que representa la oposició que presenta un material a ser penetrat per un indentador.

L'assaig de duresa, es realitza amb duròmetres i consisteix en aplicar una força normalitzada sobre un element penetrador, també normalitzat, que produeix una empremta sobre el material subjecte a estudi. En funció de la profunditat, de la mida de l'empremta, o bé de la combinació d'ambdues tècniques alhora, s'obté el valor de duresa del material estudiat, [4,10].

Depenent de la geometria de l'indentador i del rang de carregues aplicables, existeixen diverses escales i/o mètodes, adequades per diversos càlculs de dureses. Les escales de duresa més comuns són:

- **Duresa Brinell (HB):** Utilitza com a punta una bola de carbur de wolfram (WC) que pot ser de diversos diàmetres en funció de les càrregues aplicades. S'utilitza en assaigs de materials tous (baixa duresa) i mostres de poca amplada.
- **Duresa Rockwell (HRB, HRC):** Aquest és el mètode més estès per mesurar la duresa degut a que es poden emprar varies escales que provenen de la utilització de diferents combinacions de penetradors i càrregues, el que permet mesurar la duresa de pràcticament qualsevol metall o aliatge. Hi ha

dos tipus de mesures de duresa Rockwell segons el penetrador utilitzat :

- HRB, el penetrador és una bola d'acer.
- HRC, el penetrador és un con de diamant.

- **Duresa Vickers (HV):** L'assaig utilitza com a penetrador un diamant amb forma piramidal equilàter amb angle dièdric 136° , el qual és premut sobre el material a estudi, sota una determinada càrrega (valors entre 15 i 1000 grams-força), definint-se la duresa Vickers HV com el quocient de la càrrega F N i l'àrea superficial, A mm^2 , de la marca permanent deixada per el penetrador, una vegada retirada la càrrega. L'àrea es determina a partir de la mesura per microscòpia òptica de les diagonals de la petjada, calculant-ne la duresa mitjançant l'expressió:

$$HV = \frac{F}{A} = \frac{F}{\frac{d^2}{2 \cdot \sin 68}} \Rightarrow HV = 1,854 \times \frac{P}{d^2} \left[\frac{\text{kg}}{\text{mm}^2} \right]$$

On: P és la càrrega aplicada en kg
D és la diagonal de la petjada expressada en mm

La duresa Vickers HV ha de considerar-se com una duresa plàstica, ja que es determina a partir de la marca permanent o residual, és a dir, sobre la deformació plàstica obtinguda en la superfície del material després de la penetració.

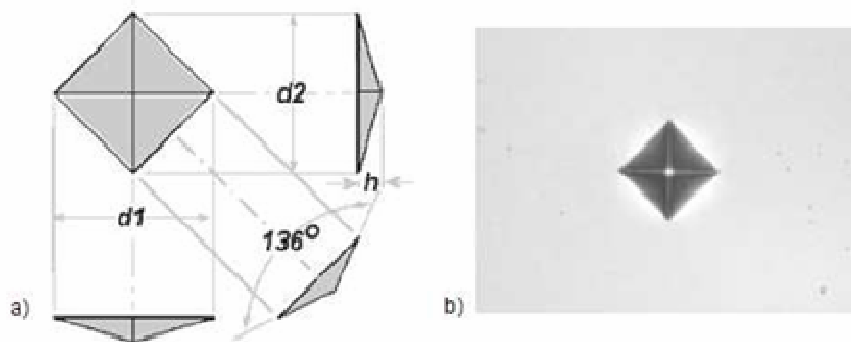


Fig. 5.18.-a) geometria de la piràmide de diamant; **b)** marca deixada sobre el material.

5.7. Caracterització tribològica: Desgast i fricció (Pin-on-disk)

La tribologia es la ciència que estudia com interactuen dues o més superfícies en contacte i en moviment relatiu. Les interaccions en el que podem denominar com interfase tribològica són moltes i complexes. Per fer estudis tribològics, s'utilitzen diferents mètodes, entre els quals es troben els denominats **Pin-on-disk**, **Rolling 4 Ball**, **3 Ball on disk**, y una llarga llista per a les més diverses aplicacions. El mètode més general i més utilitzat es el de Pin-on-Disk.

L'equip Pin-on-Disk, consisteix en el posicionament perpendicular d'un pin esfèric pressionat per una càrrega específica sobre una proveta a una distància R , la qual gira per l'acció d'un motor a unes determinades revolucions per minut, provocant un camí de desgast en la proveta.

La variació de condicions de l'assaig com la velocitat de gir, la càrrega, el radi de gir o el material utilitzat, permet obtenir diferents resultats que poden establir els paràmetres òptims de contacte.

Els principals mecanismes que interactuen en una interfase tribològica en moviment relatiu són el desgast i la fricció, [17].

5.7.1. Desgast

El desgast es el procés d'arrencament de material degut al moviment relatiu d'una superfície respecte un altre en contacte. En aquest procés el material pot ser remogut de la superfície i expulsat fora de la regió de contacte. També pot ser transmesa a un altra superfície i quedar-se adherida a ella o trencar-se i generar residus de desgast "debris" que pot quedar, en part, atrapada en el contacte. En el cas de que es produeixi una transferència de material la pèrdua de massa neta de la interfase es zero, sent una o ambdues superfícies desgastades. L'evolució de la fricció està vinculada al desgast, encara que la seva relació no es ben entesa.

Existeixen diversos tipus de desgast, dels quals, els principals són:

- Adhesiu
- Abrasiu
- Per fatiga
- Per impacte

5.7.2. Fricció

La fricció es la resistència o oposició al moviment de dos cossos que es troben en contacte. Es a dir, la força tangencial resistiva que es crea quan la fricció no depèn del material, es una resposta del sistema a una determinada acció. Existeixen dos tipus de coeficients de fricció: el estàtic (μ_s) i el cinètic (μ_k).

5.8. Anàlisi metal·logràfic

Per a estudiar els materials a nivell microscòpic es necessària la utilització de tècniques d'anàlisi que ens permetin diferenciar àtoms, molècules o grups de molècules formant cristalls, grans, etc.

També és necessari disposar de procediments que permetin quantificar amb màxima exactitud, les qualitats físiques observades. Actualment, es coneixen un gran nombre de tècniques que permeten abastir aquests estudis, des de les que es basen en la microscòpia electrònica, en substitució dels microscopis òptics de gran resolució, com les que es basen en els fenòmens de difracció dels raigs X o d'altres radiacions així com les que es basen en altres fenòmens físics com ara la reflexió i l'absorció. [4,10,11]

5.8.1. Microscòpia òptica (MO)

La microscòpia òptica es basa en la reflexió de la llum en la superfície polida d'una mostra. El microscopi òptic se serveix de la llum visible per a crear una imatge augmentada de l'objecte. El microscopi òptic més simple és la lent convexa doble amb una distància focal curta. Aquestes lents poden augmentar un objecte fins a 15 vegades. En general s'utilitzen microscopis composts, que disposen de diverses lents amb les quals s'aconsegueixen majors augments. Alguns microscopis òptics poden augmentar un objecte per sobre de les 2.000 vegades.

El microscopi compost consisteix en dos sistemes de lents, l'objectiu i l'ocular, muntats en extrems oposats d'un tub tancat. L'objectiu està compost de diverses lents que creen una imatge real augmentada de l'objecte examinat. Les lents dels microscopis estan disposades de manera que l'objectiu es trobi en el punt focal de l'ocular. Quan es mira a través de l'ocular es veu una imatge virtual augmentada de la imatge real. L'augment total del microscopi depèn de les longituds focals dels dos sistemes de lents.

Existeixen diverses variants d'observació en microscòpia òptica:

- simple
- compost
- de llum ultravioleta
- de camp brillant
- de camp fosc
- petrogràfic
- En contrast de fase
- de fluorescència
- de llum polaritzada
- Confocal

5.8.2. Microscòpia electrònica

La microscòpia electrònica és una tècnica complexa, que utilitza un feix d'electrons per il·luminar la mostra. Donat que els electrons tenen una longitud d'ona molt menor que la de la llum, poden mostrar estructures molt més petites.

Existeixen dos tipus bàsics de microscopis electrònics: el **microscopi electrònic de transmissió** (Transmission Electron Microscope, TEM) i el **microscopi electrònic d'escombrat** (Scanning Electron Microscope, SEM):

- **Microscòpia electrònica de transmissió (TEM)**: permet la observació de mostres en talls ultrafins. Un TEM dirigeix el feix d'electrons a l'objecte que es desitja augmentar. Una part dels electrons reboten o són absorbits per l'objecte i altres l'entravessen formant una imatge augmentada de l'objecte. Per utilitzar un TEM s'ha de tallar la mostra en capes molt fines. Es col·loca una paca fotogràfica o una pantalla fluorescent darrera de l'objecte per registrar la imatge augmentada. Els TEM poden augmentar un objecte fins un milió de vegades.

- **Microscòpia electrònica d'escombrat (SEM):** Crea una imatge ampliada de la superfície d'un objecte. A diferència del TEM, no es necessari tallar l'objecte en capes per a observar-lo. El SEM explora la superfície de la imatge punt per punt, al contrari que el TEM, que examina una gran part de les mostres cada vegada. El seu funcionament es basa en recórrer la mostra amb un feix d'electrons per la pantalla d'un monitor. Els electrons poden dispersar-se de la mostra o provocar l'aparició d'electrons secundaris. Els electrons perduts i els secundaris són recollits i comptats per un dispositiu electrònic situat als costats de l'objecte. Cada punt llegit de la mostra correspon a un píxel en el monitor. A mida que el feix d'electrons escombra la mostra, es presenta tota la imatge al monitor. Els microscòpics electrònics de escombrat poden ampliar els objectes 200.00 vegades o més. Aquest tipus de microscopi es molt útil perquè, al contrari que els TEM o els microscopis òptics, produeix imatges tridimensionals realistes de la superfície de l'objecte.

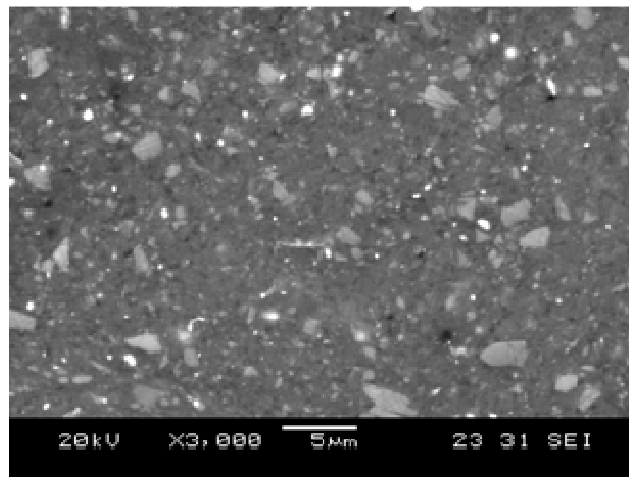


Fig. 5.19.-Exemple de micrografia SEM.

6. Procés experimental

En aquest apartat es fa una descripció, una mica més detallada, del procés experimental seguit al laboratori per a l'obtenció de les diferents mostres de pols molturades.

L'explicació farà especial èmfasi en els diferents equips d'anàlisi emprats per a la caracterització de les mostres, així com en els paràmetres calculats en cadascun dels assaigs i en les diferents tècniques de preparació específica de les mostres.

6.1. Descripció del mètode experimental

En la realització d'aquest procés experimental, el primer pas és obtenir un material molturat a ser analitzat. Amb els recursos disponibles al laboratori, s'ha fixat una seqüència a seguir per a l'estudi i anàlisi de cadascuna de les pols:

- Procés de molturat
- Anàlisi granulomètric
- Compactació en fred
- Compactació en calent
- Preparació de provetes metal·logràfiques
- Caracterització mecànica (Microdureza Vikers)
- Caracterització tribològica (Assaig Pin-on-Disk)
- Anàlisi metal·logràfic (MO i SEM).

La primera pols a ésser analitzada ha estat la pols metàl·lica comercial base (Al-12Si) de la casa Sulzer Metco, sense molturar i sense reforç ceràmic. Aquesta actuarà com a matriu metàl·lica. Els resultats obtinguts serviran de punt de partida com a mostra patró per a conèixer les propietats inicials del material matriu amb el que s'ha treballat i poder-les comparar amb les que s'obtindran després de les diferents etapes de molturat.

En una segona fase, s'ha analitzat pols metàl·lica comercial base (Al-12Si) de la casa Sulzer Metco, molturada. Aquesta actuarà com a matriu metàl·lica. Els resultats obtinguts serviran per a conèixer les propietats de la matriu metàl·lica molturada i poder-les comparar amb les que s'obtindran després amb els diferents reforços de pols ceràmica.

En una tercera i última fase s'ha estudiat pols metàl·lica comercial base (Al-12Si) de la casa Sulzer Metco, molturada i reforçada amb una pols ceràmica comercial (SiC), de l'empresa espanyola Navarro SiC.

6.2. Procés de molturació

El procés de molturació, s'ha realitzat mitjançant la utilització d'una matriu metàl·lica base (Al-12Si) reforçada amb pols ceràmica base (SiC) en diferents percentatges. Les proporcions de matriu/reforç avaluades en aquest estudi, són les següents: 90:10; 80:20; 70:30. A més a més s'ha efectuat el molturat previ de la matriu base (Al-12Si) sense cap tipus de reforç.

La molturació s'ha dut a terme mitjançant la utilització d'un molí attritor, model "Union Process S-1" (Fig. 6.1.).



Fig. 6.1.-Molí Attritor "Union Process S-1" localitzat al laboratori de ciències materials, EPSEVG.

L'equip de molturació d'alta energia "Attritor Milling" del CDAL disposa de tota una gama d'equipaments i accessoris detallats a continuació:

- Union process attritor, Model 1-S (Electronic –VFD/Explosion-Proof – CE certified).
- Tanc de molturació d'acer inoxidable 304 amb un volum efectiu de $5,7 \text{ dm}^3$
- Tapa de tancament del tanc preparada per poder refrigerar en condicions criogèniques mitjançant el pas continu de nitrogen líquid (cryomilling).
- Braç agitador d'acer inoxidable 440C.
- Motor de 3 HP. 380V/3PH/50HZ amb controlador variable de freqüència.

Dins del gran ventall de paràmetres existents en el funcionament del procés Attritor milling, les condicions descrites a la taula 6.1. han estat fixades gràcies a la recerca bibliogràfica prèvia realitzada com a primera etapa del projecte.

Taula 6.1.-Condicions de molturació:

Volum del recipient, [dm³]	5,7
Relació massica (pols/boles)	20:1
Massa a molturar, [g]	500
Agent controlador/lubricant sòlid,[% pes]	Àcid esteàric, (1,5)
Medi molturant (líquid)	Hexà (1,5l)
Velocitat de gir del rotor, [rpm.]	180
Tipus de medi molturant	WC-Co ($\varnothing = 6\text{mm}$)
Massa de medi molturant, [Kg]	10
Refrigerant exterior	Circuit d'H ₂ O (24°)
Temps de molturació, [h]	Seqüencial acumulatiu (15-25-30-35-40)

La seqüència de passos efectuada durant la preparació del molí ha contemplat els següents punts:

- Pesat de la pols d'Al₁₂Si i SiC, del lubricant sòlid, àcid esteàric,i de les boles de WC-Co.
- Introducció de les boles, la pols, l'àcid esteàric i l'hexà.
- Muntatge de l'equip de protecció i tapa superior del molí.
- Connexió i posada en marxa del molí i la bomba de refrigeració.
- Regulació de la velocitat.

S'ha de tenir especial interès en la relació massica de les boles, degut a que quantes més boles s'introdueixen en el recipient, el temps de molta es redueix per a un mateix objectiu, a més d'obtenir un gra més fi que amb menys quantitat de boles.

Un augment de la velocitat de gir redueix el temps de molta tot augmentant l'obtenció de pols de fracció fina. No obstant això, l'augment excessiu de la velocitat de gir, pot produir com a resultat un escalfament excessiu del recipient, les boles i el material molturat. Per tal d'evitar aquest sobreescalfament del sistema s'ha optat per a la utilització d'un lubricant sòlid (àcid esteàric) i d'un refrigerant líquid com a medi de molturació (Hexà), evitant d'aquesta manera fenòmens de soldadura entre partícules de pols, i soldadures entre la pols a molturar i els diferents components interns del molí attritor.

A més a més, tot el sistema ha estat refrigerat externament mitjançant un encamisat al voltant del recipient de molturat per on hi circularà aigua destil·lada a temperatura ambient.

L'extracció de mostres s'ha efectuat segons un procés seqüencial acumulatiu, prenent com a temps d'extracció 15, 25, 30, 35 i 40 hores, amb un total de cinc mostres finals per a cada relació matriu/reforç avaluada. La seqüència de passos efectuada durant l'extracció de les mostres ha sigut la següent:

- Parada i desconexió del molí i la bomba de refrigeració.
- Desmuntatge de l'equip de protecció i tapa superior del molí.
- Extracció manual de la mostra mitjançant un flascó plàstic.
- Filtrat de la mostra de pols dins una campana de gasos, amb l'ajuda d'un embut recobert amb paper de filtre.
- Comprovació del nivell d'hexà a l'interior del molí i introducció del mateix en cas que fos necessari.
- Muntatge de l'equip de protecció i tapa superior del molí.
- Connexió i posada en marxa del molí i la bomba de refrigeració.
- Una vegada obtinguda la pols extreta seca en el paper de filtre, empaquetar-la amb les característiques corresponents i emmagatzemar-la per al posterior premsat.

A continuació es poden observar els càlculs realitzats per tal de conèixer la massa de les fases a molturar, per a cada proporció matriu/reforç avaluada. Tenint en compte els 500g de massa a molturar que es vol introduir al molí, les proporcions de matriu/reforç necessàries per a la optimització del procés per a cada cas, les quantitats a afegir són:

$$\rho_{Al12Si} = 2,656 \text{ gr} / \text{cm}^3$$

$$\rho_{SiC} = 3,210 \text{ gr} / \text{cm}^3$$

$$\rho_{Al12Si+SiC} = \rho_{Al12Si} \cdot X + \rho_{SiC} \cdot Y$$

Cas A: 10% de reforç

$$\rho_{Al12Si+SiC} = \rho_{Al12Si} \cdot X + \rho_{SiC} \cdot Y = 2,656 \cdot 0,9 + 3,210 \cdot 0,1 = 2,7114 \text{ gr} / \text{cm}^3$$

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{500 \text{ gr}}{2,7114 \text{ gr} / \text{cm}^3} = 184,4066 \text{ cm}^3$$

Mescla A: 90% Al12Si = 440,8055 g
10% SiC = 59,1945 g

Cas B: 20% de reforç

$$\rho_{Al_{12}Si+SiC} = \rho_{Al_{12}Si} \cdot X + \rho_{SiC} \cdot Y = 2,656 \cdot 0,8 + 3,210 \cdot 0,2 = 2,7668 \text{ gr} / \text{cm}^3$$

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{500 \text{ gr}}{2,7668 \text{ gr} / \text{cm}^3} = 180,7142 \text{ cm}^3$$

Mescla B: 80% $Al_{12}Si$ = 383,9815 g
20% SiC = 116,0185 g

Cas C: 30% de reforç

$$\rho_{Al_{12}Si+SiC} = \rho_{Al_{12}Si} \cdot X + \rho_{SiC} \cdot Y = 2,656 \cdot 0,7 + 3,210 \cdot 0,3 = 2,822 \text{ gr} / \text{cm}^3$$

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{500 \text{ gr}}{2,8222 \text{ gr} / \text{cm}^3} = 177,1667 \text{ cm}^3$$

Mescla C: 70% $Al_{12}Si$ = 329,3884 g
30% SiC = 170,6116 g

6.3. Anàlisi granulomètric

L'anàlisi granulomètric s'ha dut a terme mitjançant un analitzador làser de mida de partícula, de la marca Beckman Coulter i model "LS13 320" amb configuració de mòdul Tornado, situat a la unitat de citometria del Centre Científicotècnic de la Universitat de Barcelona. (Fig. 6.2.)

S'han efectuat tres mesures de granulometria per a cada mostra analitzada, comprovant la repetibilitat dels valors obtinguts i assegurant la obtenció d'un valor final representatiu de la mostra.

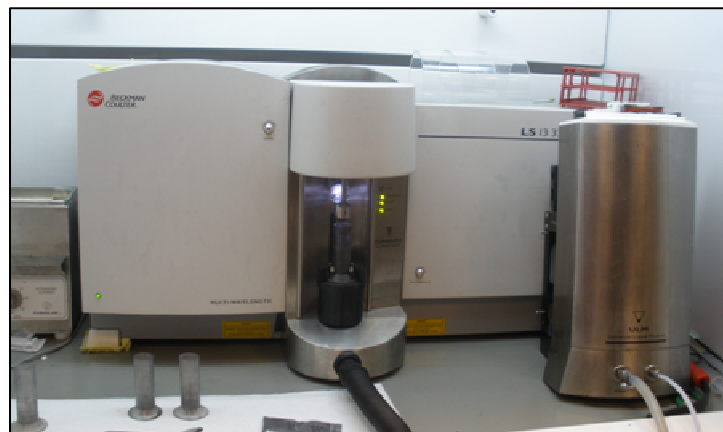


Fig. 6.2.-a) Analitzador de mida de partícula "LS13 320" localitzada a la unitat de citometria del Centre Científicotècnic de la Universitat de Barcelona.

6.4. Compactació

Per poder realitzar la caracterització mecànica i tribològica de la pols obtinguda, és necessari una bona preparació de les mostres. La compactació és el procés que s'ha utilitzat per a l'elaboració de les mostres massives compactes, a partir de la pols molturada, amb l'ajut d'un motlle de premsat, dissenyat i fabricat pel CDAL "Centre de Disseny d'Aliatges Lleugers i Tractaments de Superfície". L'objectiu últim d'aquesta etapa de compactació es permetre la correcta caracterització mecànica i tribològica posterior del material.

6.4.1. Matriu, punxó i contrapunxó

En la següent imatge Fig. 6.3. podem observar un croquis de la matriu de compactació:

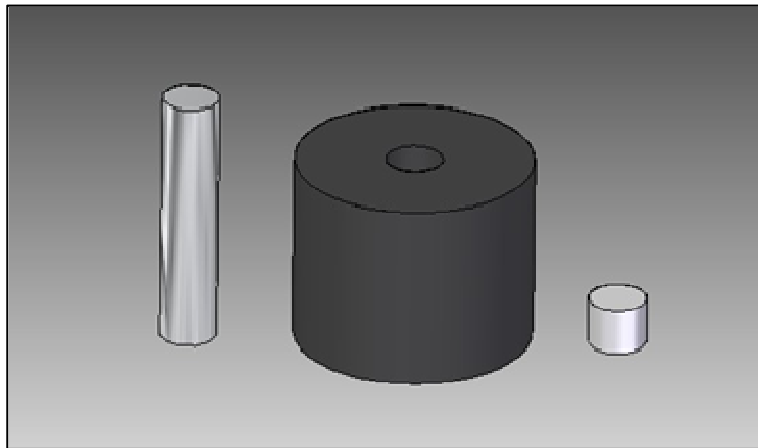


Fig. 6.3.-Croquis del punxó, matriu i contrapunxó, de esquerra a dreta respectivament.

➤ Disseny del utillatge

El disseny del utillatge de compactació de pols utilitzat s'ha dut a terme pel CDAL, buscant un disseny simple que requereixi de poques operacions de mecanitzat per tal de obtenir un motlle d'alta funcionalitat el més econòmic possible.

Com la força necessària per a compactar una peça és proporcional a la seva àrea, el disseny ha estat pensat per tal d'aplicar la màxima força a l'hora de compactar amb les premses disponibles. Per altra banda, si els compactes obtinguts són massa petits, no es podran fer assaigs mecànics. D'aquestes condicions, en resulta una matriu cilíndrica de 60 mm de diàmetre amb una cavitat interior de 12 mm de diàmetre amb els conseqüents punxó i contrapunxó, també amb diàmetre de 12[mm], que permetin un cert joc amb el forat.

Així doncs, es pretén obtenir compactes cilíndrics de diàmetres 12 mm i d'una alçada aproximada de 6 mm.

➤ Selecció de material

La selecció del material emprat per a la fabricació del utilatge de compactació de pols utilitzat s'ha dut a terme pel CDAL, per tal d'escollir un material capaç de resistir les condicions de treball a les quals serà sotmesa la pols durant la compactació.

Alhora d'escollir un material per a la operació de premsat de les mostres de pols s'ha tingut en compte les condicions de treball a les quals serà sotmès aquest material.

Com s'ha tingut en compte a l'hora de fer el disseny de la matriu, punxó i contrapunxó, s'ha requerit d'un material capaç de suportar 35000 Mpa de pressió per a l'etapa de compactació i altes temperatures per al procés de premsat en calent, ja que l'Al-12Si té una temperatura de fusió de 575 °C i la compactació en calent s'ha efectuat a una temperatura d'uns 500 °C aproximadament.

El material seleccionat ha estat l'acer d'alta resistència **ICO-2800**, subministrat per l'empresa Rovalma S.A, [Annex I]. La selecció d'aquest acer d'alta resistència respon a les necessitats abans mencionades d'un material resistent a la deformació a altes pressions de compressió i condicions de treball en calent. A part d'aquest dos factors indispensables, s'ha tingut en compte, entre els materials que compleixen els requisits, el valor econòmic.

➤ Tractament

Tot i les elevades prestacions que presenta l'acer d'alta resistència ICO-2800, la resistència d'aquest material en estat de colada no es prou elevada per a suportar els nivells de sol·licitació del nostre procés de compactat, de manera que s'ha realitzat un tractament tèrmic posterior, per tal d'augmentar la duresa del material.

L'acer ICO-2800 és un acer "maraging", desenvolupat per l'empresa Rovalma, que combina nivells molt elevats de tenacitat, duresa i resistència mecànica juntament amb totes les avantatges resultants de l'enduriment per precipitació així com de la presència de l'estructura martensítica de níquel.

Aquest tractament consisteix en escalfar progressivament el material fins a una temperatura determinada, dins el rang de temperatures compreses entre els 480 i els 530 °C, el posterior manteniment del material a aquesta temperatura durant un cert temps, i el posterior refredament del mateix fins a temperatura ambient.

El temps de manteniment a la temperatura adequada dins l'etapa de precipitació ve determinada la temperatura escollida, essent de 3 a 6 hores per a 480 °C i 530 °C, respectivament. El temps d'escalfament fins a assolir la temperatura desitjada ve determinat per les dimensions del component a tractar, generalment de 1 minut per mil·límetre d'espessor.



Fig. 6.4.-Forn "Hobersal" localitzat al laboratori de ciències materials, EPSEVG.

Per a la realització del tractament, ha sigut necessària la utilització d'un forn de resistència "Horbersal" Fig. 6.4., capaç d'agafar temperatures de fins a 1200°C.

A la Fig. 6.5. podem observar un esquema d'aquest tractament tèrmic, on es poden observar les diferents etapes d'escalfament, precipitació i refredament amb la combinació de temperatura i temps utilitzat per a la realització d'aquest treball.

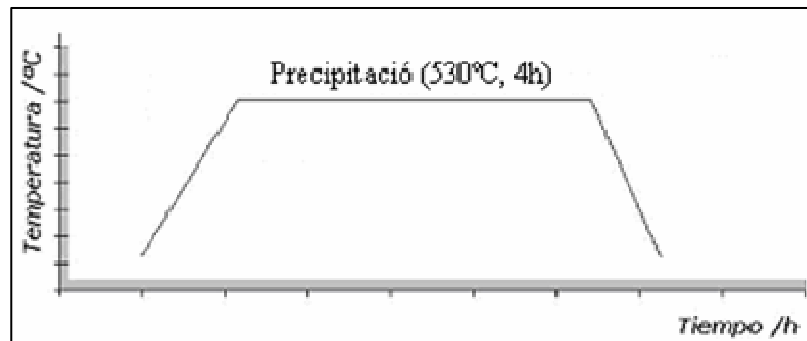


Fig. 6.5.-Esquema del tractament tèrmic d'enduriment per precipitació.

S'ha introduït l'acer ICO-2800 en el forn per practicar-li un tractament tèrmic per precipitació [Annex I], el qual es pot dur a terme en un rang de temperatures i temps que van des dels 480 °C durant 6 hores als 530 °C durant 3 hores. A més, per assegurar que el tractament es produeix uniformement a tota la peça cal afegir-hi, al temps d'escalfament, 1 minut per cada mil·límetre d'espessor de la peça, per la qual cosa s'ha mantingut el motlle al forn durant **4 hores** a una temperatura estable de **530 °C**.



Fig. 6.6.- *Molle d'acer ICO-2800 realitzat pel CDAL*

A continuació, es pot observar la seqüència de compactació realitzada en aquest estudi, on es veuen representats els passos seguits per a la compactació de la pols i la posterior extracció de la mostra; càrrega, assemblatge de premsat, premsat, manteniment, assemblatge d'extracció i extracció.

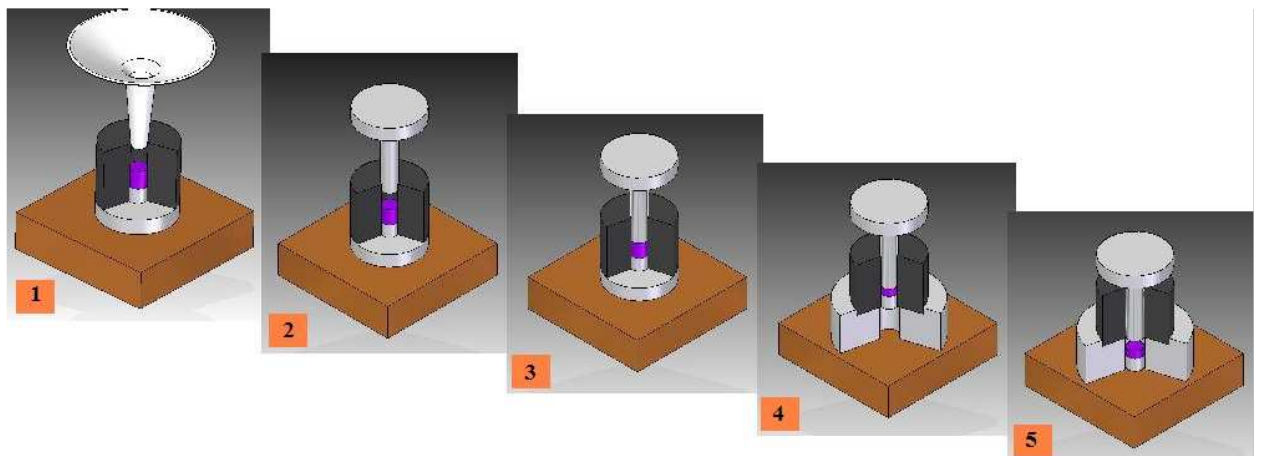


Fig. 6.7.- *Seqüència de compactació realitzada en aquest estudi.*

1. Introducció amb l'ajuda d'un embut, la pols prèviament molturada al centre de la matriu.
2. Assemblatge del punxó i lubricació amb grafit a fi efecte d'evitar el gripatge a l'hora d'introduir el punxó a la matriu.
3. Introducció del punxó, amb l'ajut d'una premsa, per a compactar el medi molturat i deixar actuar la força durant uns 15 segons.
4. Per a poder desemmotllar la mostra, cal ensamblar la matriu a la peça de desemmotllament, la qual consta d'una cavitat central de major diàmetre que la matriu. (Fig.6.8.)
5. Aplicació novament d'una força, per mitjà de la premsa, de manera que punxó i compactat caiguin a través de la peça de desemmotllament.

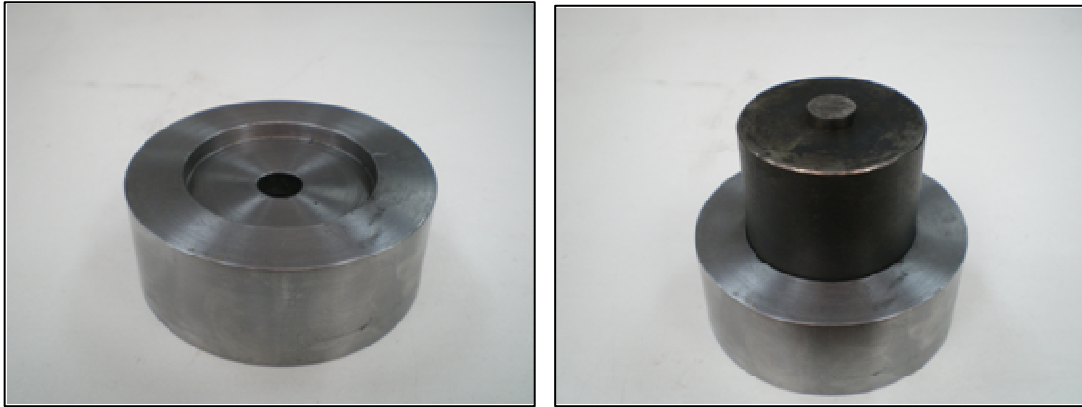


Fig. 6.8.-a) *Peça de desemmotllament; b) Muntatge del motlle per al desemmotllament de la peça.*

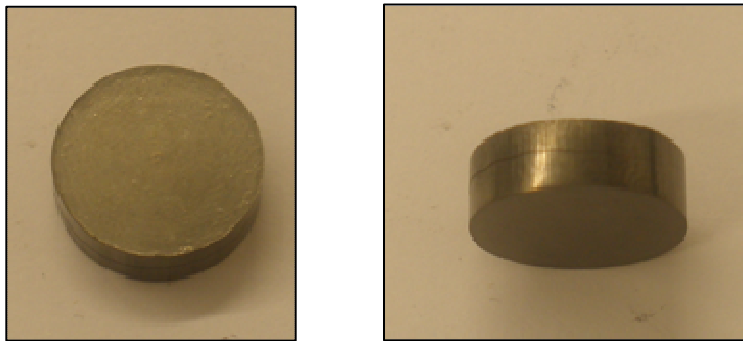


Fig. 6.9.-*Compacte de pols objecte d'estudi.*

6.4.2. Compactació en fred

La compactació en fred s'ha realitzat amb una premsa hidràulica manual model "Carolina", vertical i uniaxial, amb una càrrega màxima de treball de 55 Tm (Fig. 6.10.), ubicada al laboratori de tecnologia mecànica de l'ETSEIB "Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Industrial de Barcelona". Les condicions de treball efectuades en aquest estudi no han superat les 30 Tm a fi i efecte de treballar per sota del límit de màquina, tot minimitzant possibles efectes de gripatge (pistó/camisa) de l'utillatge.

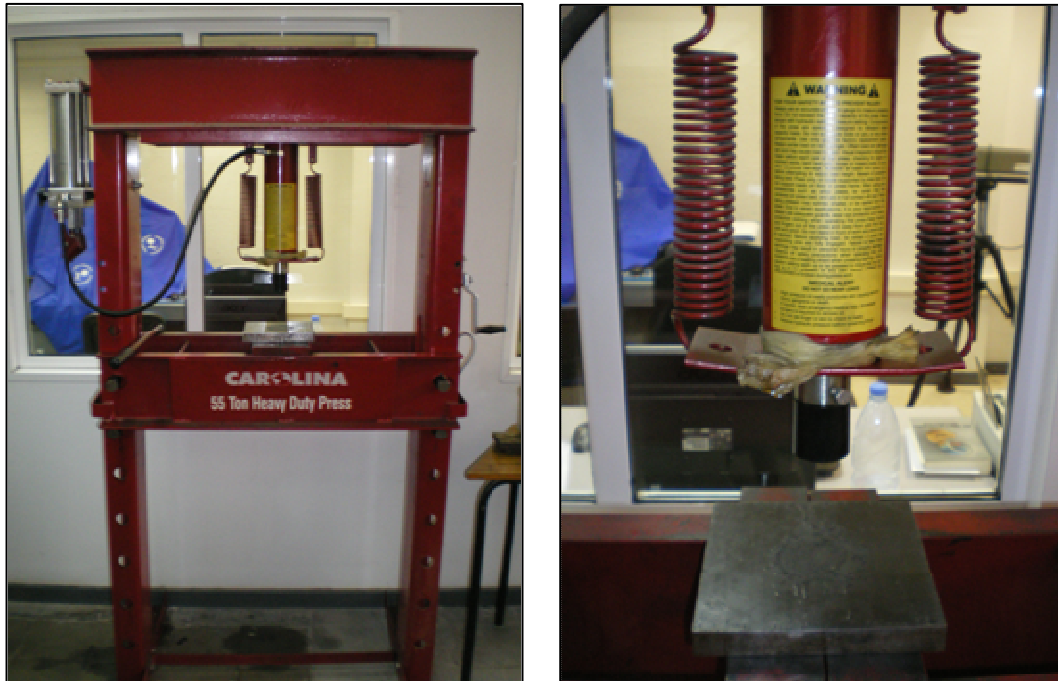


Fig. 6.10.-a) *Prensa hidràulica “Carolina” localitzada al laboratori de Tecnologia Mecànica de l’ETSEIB. b) Detall del cilindre hidràulic.*

6.4.3. Compactació en calent

La compactació en calent s’ha realitzat amb una màquina servo hidràulica de tracció model “Metro Com” (utilitzada en aquest cas com a compressió), amb una càrrega màxima de treball de 10 Tm (Fig. 6.11.), ubicada al laboratori de ciències materials de l’EPSEVG “Escola Politècnica Superior d’Enginyeria de Vilanova i la Geltrú”.

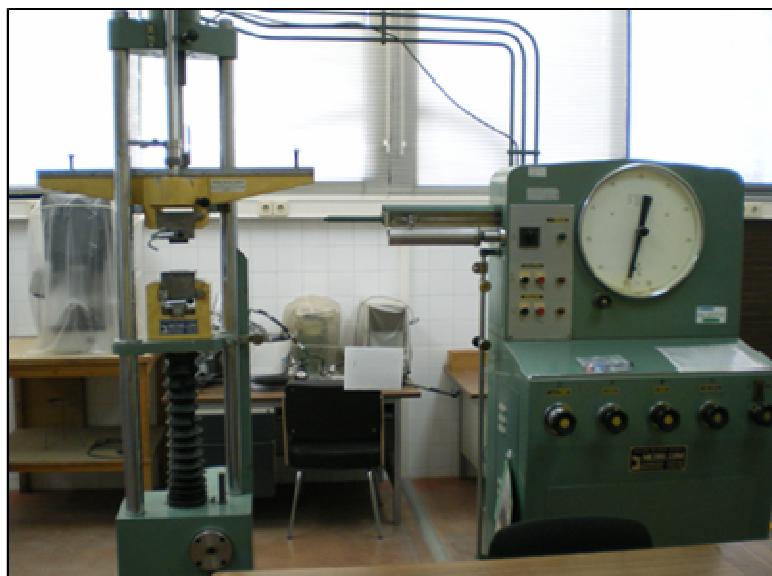


Fig. 6.11.-*Màquina servo hidràulica de tracció “Metro Com” localitzada al laboratori de ciències materials, EPSEVG.*

Per a la realització de la compactació en calent, també ha sigut necessària la utilització del forn de resistència “Horbursal”, introduït anteriorment Fig. 6.4., a fi efecte d'escalfar el compactat (verd), la matriu i les eines de compactació utilitzades per a la mateixa.

Per a la realització de la compactació en calent, es necessària la consecució de la etapa prèvia de compactat en fred. A continuació, al laboratori de ciències materials de l'EPSEVG, s'ha realitzat un escalfament de la peça (verd) durant 15 minuts a una temperatura estable de 500 °C, en el forn “Horbursal” abans mencionat. Un cop el mostra en verd a compactar en calent ha assolit el temps requerit d'escalfament, es torna a compactar amb la màquina servohidràulica de tracció abans esmentada. A diferència de la màquina de compactació en fred, les condicions de treball efectuades en el procés en calent, si s'ha arribat al límit de màquina, degut a la menor capacitat de la mateixa.

S'ha decidit escalfar la peça a 500 °C, a fi efecte d'evitar l'aparició de qualsevol fase líquida, sabent a través del diagrama d'Al₁₂Si (Fig. 4.1.), de l'apartat 4.3., que la temperatura de fusió per al nostre aliatge es de 577 °C. Per lo tant, s'ha treballat al 75% de la temperatura de fusió, en condicions de treball en calent ($T \geq 0,4T_f$).

6.5. Preparació de provetes

La preparació mecànica es el mètode més comú de preparació de mostres metal·logràfiques per a l'execució del seu examen posterior. Per a eliminar material de la superfície de la mostra, s'utilitza l'abrasiu en successius passos, amb partícules cada vegada més fines, obtenint així uns resultats òptims i idonis per a la següent tasca a realitzar.

Les mostres poden preparar-se fins a aconseguir un acabat idoni. És el tipus particular d'anàlisi o assaig que es desitja portar a terme el qual determina els requisits que ha de complir la superfície preparada. La preparació pot donar-se per acabada quan ja s'ha aconseguit una superfície acceptable per a la realització d'un examen específic o d'un assaig determinat.

Les provetes emprades en el transcurs d'aquest projecte, han estat preparades per a més tard poder ser examinades i analitzades tant per microscòpia òptica com per microscòpia electrònica, i a més a més, poder realitzar la caracterització mecànica i tribològica sobre les mateixes.

6.5.1. Embotició

Un cop realitzada la compactació, s'ha procedit al muntatge de les provetes metal·logràfiques mitjançant una resina de polièster termoendurable model Polyfast, per mitjà d'una premsa marca STRUERS model “LaboPress-3” (Fig. 6.12.). La resina polimèrica utilitzada en el muntatge de les provetes, té la propietat de ser conductora degut a la composició de la mateixa, la qual porta incorporat grafit. Els paràmetres d'embotició per a la utilització d'aquesta resina, segons el fabricant, són els mostrats a la taula 6.2.



Fig. 6.12.-*Prensa Struers “LaboPress-3” localitzada al Centre tecnològic de Vilanova i la Geltrú.*

Taula 6.2.-Paràmetres d'embotició per a la resina polimèrica.

Força, [kN]	20
Temps escalfament, [s]	6
Temps refredament, [s]	3
Temperatura, [°C]	150

A mesura que el procés d'embotició de les mostres metal-logràfiques s'anava succeint, s'ha pogut observar l'aparició d'esquerdes en alguns dels compactes, de manera que es va decidir; en un primer moment disminuir la força de pressió durant l'embotició, passant de 20 a 10 kN, i en una segona etapa tornar a embotir compactes de les mateixes característiques d'aquelles mostres on aparegueren les esquerdes.

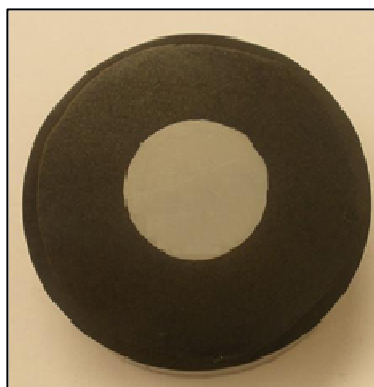


Fig. 6.13.-*Proveta de pols embotida objecte d'estudi.*

6.5.2. Desbast i polit

Un cop embotit el compacte amb la resina en pols i obtinguda la proveta metal·logràfica resultant, s'ha procedit a efectuar les operacions de desbast i polit necessàries per a la correcta adequació de la mostra per a la posterior caracterització microestructural, mecànica i tribològica.

Els passos a seguir són els exposats en les taules 6.3. i 6.4. i s'han efectuat mitjançant la utilització d'una polidora automàtica marca Struers model "Pedemin-S" (Fig. 6.14.).

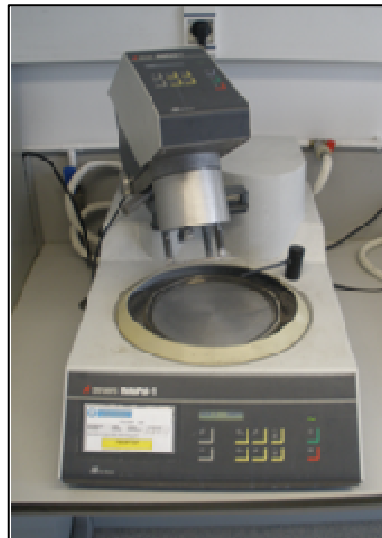


Fig. 6.14.-Polidora automàtica "Pedemin-S" localitzada al Centre Tecnològic de Vilanova i la Geltrú.

Un desbast apropiat elimina de la superfície de la mostra el material danyat o deformat, introduint al mateix temps només un petit grau limitat de noves deformacions. L'objectiu que es vol arribar amb el desbast, es aconseguir una superfície plana i amb uns danys mínims que pugin ser eliminats fàcilment durant el polit de la mostra.

Degut a la composició del nostre material reforçat MMC base Al₁₂Si/SiC, no s'ha pogut utilitzar els mètodes tradicionals de polit amb papers abrasius de carbur de Silici de diferents granulometries, degut a la limitada consistència del nostre compacte i als possibles fenòmens de contaminació derivats de la inclusió de partícules abrasives de SiC dins el material del compacte.

Davant la problemàtica que presenta el polit pels mètodes tradicionals del material objecte d'estudi, s'ha cregut oportú emprar el mètode de "alemany" de polit, que consisteix en fer servir plats magnètics de diferents panys (Fig. 6.15.), utilitzant el diamant com a abrasiu i diferents tipus de lubricants depenent de la granulometria de l'abrasiu i del tipus de pany. A les taules 6.3. i 6.4. s'exposen els passos seguits per al correcte desbast i polit dels compactes.

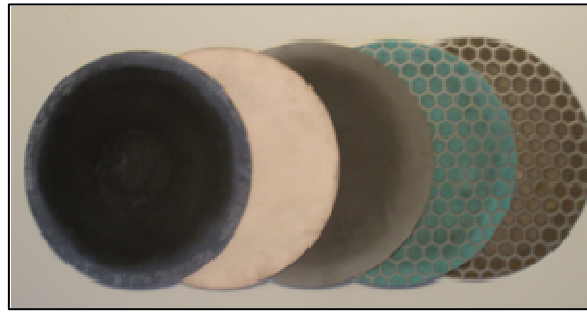


Fig. 6.15.-Plats magnètics utilitzats per al desbast i polit de les provetes.

Taula 6.3.-Desbast per a l'aliatge Al12Si + SiC.

Pas	FG1	FG2
Superfície	MD-Allegro	MD-Largo
Abrasiu	Diamant	Diamant
Gra/mida del gra	9 [µm]	9 [µm]
Lubricant	Blau	Blau
Revolucions del plat /rpm.	150	150
Força /N	10	10
Temps /min.	5	5

Taula 6.4.-Polit per a l'aliatge Al12Si + SiC.

Pas	DP1	DP2	OP
Superfície	MD-Dac	MD-Dur	MD-Chem
Abrasiu	Diamant	Diamant	OPU
Gra/Mida del gra / [µm]	3	1	0,04
Lubricant	Vermell	Vermell	-
Revolucions del plat / [rpm.]	150	150	150
Força / [N]	5	5	5
Temps / [min]	3	3	3

Una vegada conclòs cada un dels passos indicats en les taules anteriors, la proveta es rentada cuidadosament primer amb aigua, i després amb etanol, amb l'objectiu d'eliminar qualsevol tipus de residu provinent dels lubricants utilitzats durant el polit o partícules dels abrasius utilitzats.

Finalment s'ha procedit al secat total de la proveta amb l'ajuda d'un assecador. D'aquesta manera, tant la inspecció per microscòpia òptica com per microscòpia electrònica, s'han pogut dur a terme amb total seguretat, i lliure d'impureses.

6.6. Microduresa Vickers

Una vegada s'han dut a terme correctament les operacions de preparació metal·logràfica corresponents s'ha procedit a efectuar la caracterització mecànica de les mateixes. La caracterització mecànica s'ha dut a terme mitjançant l'assaig de dureses Vickers sobre la superfície dels compactes. S'ha realitzat amb un microduròmetre de la casa Struers, model "Duramin" (Fig. 6.16.), tot seguint el procediment de duresa marcat en la normativa d'assaig ASTM E-384.

Segons la norma ASTM E-384, a l'hora de realitzar les microdureses dels compactes, s'ha de tenir en compte les següents indicacions:

- La distància entres dues petjades consecutives (d) ha d'ésser igual o superior a dues vegades i mitja el valor de la diagonal més gran de la petjada (D); $d \geq 2,5D$
- La distància entre el vèrtex d'una petjada i el límit de gra (d) ha d'ésser igual o superior a tres vegades el valor de la diagonal més gran de la petjada (D); $d \geq 3D$

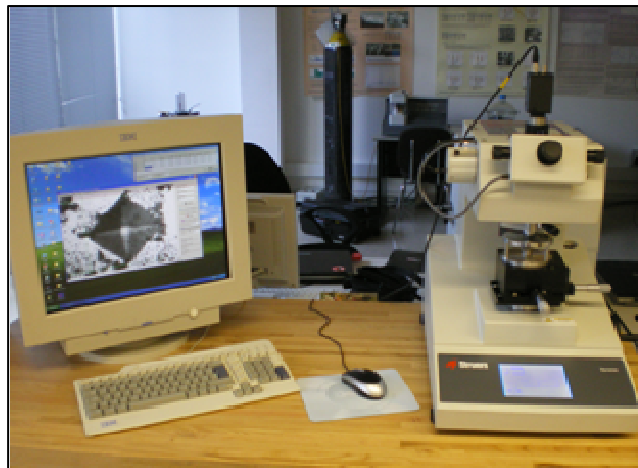


Fig. 6.16.-*Duròmetre Struers "Duramin" localitzat al Centre Tecnològic de Vilanova i la Geltrú.*

Els paràmetres d'assaig utilitzats per a la caracterització mecànica han compres una càrrega d'aplicació de 2,94 N durant un temps d'aplicació de 15 segons, en seqüències incrementals acumulatives, amb un temps entre etapes de 1 segon,

efectuades a 400 augments (x400), sempre en concordança amb la norma d'assaig ASTM E-384. En cada cas, s'han efectuat un mínim de 15 punxades per tal d'obtenir un valor de duresa representatiu.

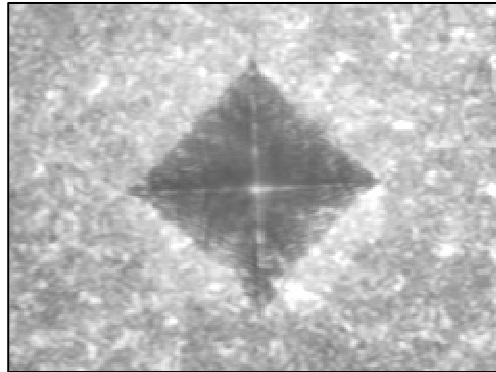


Fig. 6.17.-Petjada de microduresa Vickers.

6.7. Assaig Pin-on-Disk

El coeficient de fricció i la velocitat de desgast són les dues propietats tribològiques més importants. L'estudi del coeficient de fricció d'aquests compactes s'ha dut a terme amb un tribòmetre Pin-on-Disk "CSEM" (Fig. 6.18.), en concordança amb la normativa d'assaig estàndard de desgast "ASTM G-99".

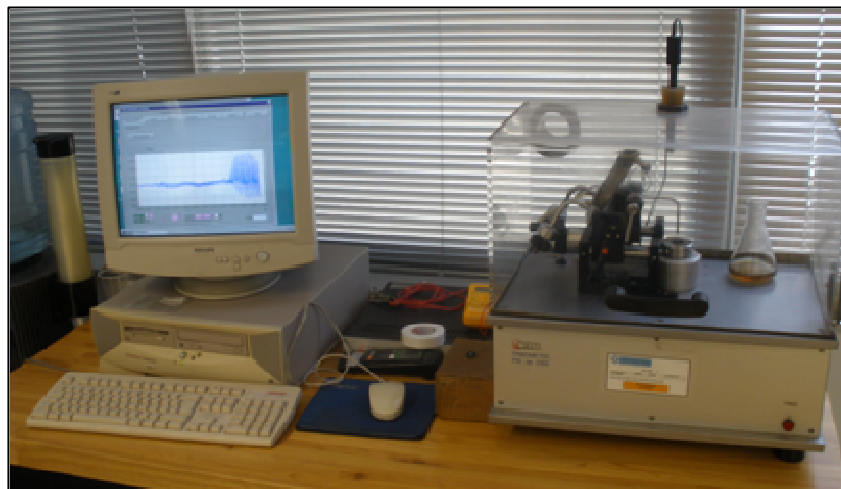


Fig. 6.19.-Equip Pin-on-Disk "CSEM" localitzat al Centre Tecnològic de Vilanova i la Geltrú.

L'assaig consisteix en fer lliscar una bola vídia (WC-Co) de radi 6mm sobre la proveta, la qual gira a una velocitat establerta i constant de 5cm/s i vàries càrregues d'aplicació constant. Les més comuns són de 1, 2, 5, 10, 20, 30 i 40 N. En el nostre cas s'ha treballat bàsicament amb una càrrega de 20N per a compactacions en fred i 40 N per a compactacions en calent. La temperatura d'assaig s'ha realitzat a temperatura ambient. El lubricant utilitzat en els assajos de desgast ha estat del tipus "Repsol 15W40", d'àmplia utilització en motors diesel d'altres prestacions. L'assaig ens porta la mesura en temps real del coeficient de fricció del material.

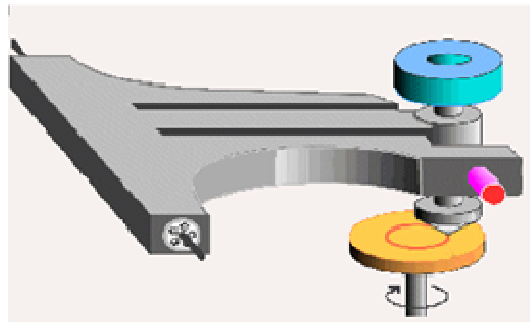


Fig. 6.19.-Il·lustració d'un assaig Pin-on-Disk.

Després de diverses proves per determinar la càrrega, la velocitat de gir i el radi més adient per al nostre assaig, s'ha determinat que els paràmetres d'assaig siguin els que es mostren a la taula 6.4.

Taula 6.4.-Paràmetres d'assaig Pin-on-Disk.

	Compactat en FRED	Compactat en CALENT
Càrrega, [N]	20	40
Velocitat lineal, [cm/s]	5	5
Radi de gir, [mm]	2	2
Cicles, [rev]	5000/10000	20000
Lubricant	Repsol 15W40	Repsol 15W40

El resultat que s'obté és un canal (Fig. 6.20.) a cada proveta i el gràfic de l'evolució del coeficient de fricció per als diferents cicles (Fig. 6.21.)



Fig. 6.20.-Canal de desgast Pin-on-Disk sobre mostra analitzada (10% - 25h premsat en fred).

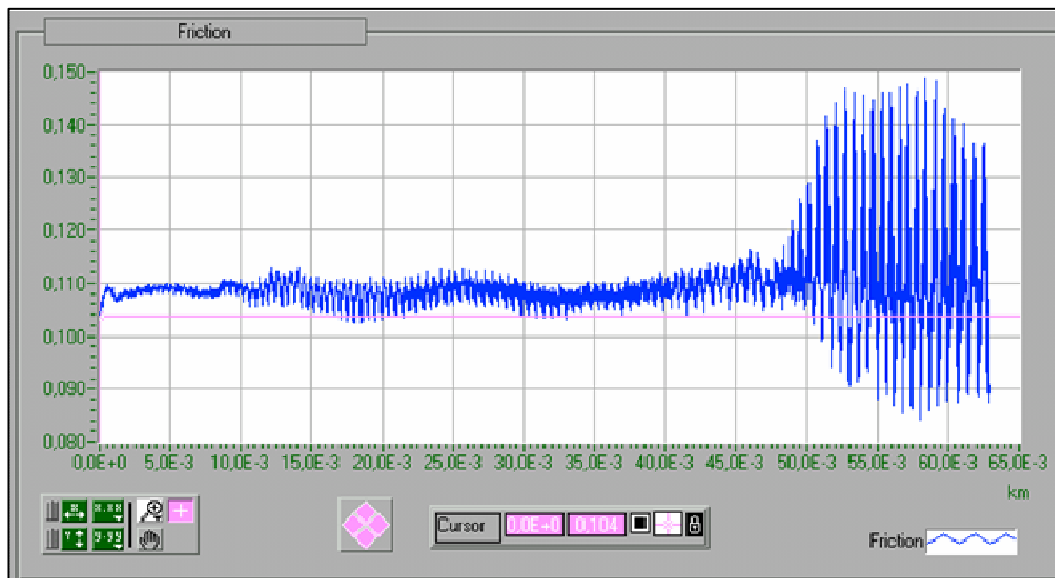


Fig. 6.21.-Exemple de resultat d'un assaig (10% - 25h premsat en fred).

Una vegada s'ha finalitzat l'assaig Pin-on-Disk, i obtinguts els canals de desgast corresponents (Fig. 6.20.), rentarem cuidadosament primer amb aigua, i després amb etanol, amb l'objectiu d'eliminar qualsevol tipus de residu provinent del lubricant utilitzat durant l'assaig o partícules de la mateixa mostra. Seguidament, s'ha procedit al secat total de la proveta amb l'ajuda d'un assecador. D'aquesta manera d'inspecció del canal, s'ha pogut dur a terme amb total seguretat, i lliure d'impureses.

Realitzarem el càlcul de l'àrea i/o secció de desgast produïda durant l'assaig, el qual servirà per a conèixer el volum de material després durant el desgast. Aquest càlcul es farà amb l'ajuda d'un rugosímetre - perfilòmetre de tipus "Taylor-Hobson Rugosímetre - Perfilometer" (Fig. 6.22.), dotat d'una punta de diamant de 2µm de diàmetre.



Fig. 6.22.-Rugosímetre-perfilòmetre "Taylor-Hobson" localitzat al Centre Tecnològic de Vilanova i la Geltrú.

Una vegada s'ha mesurat el contorn del canal de desgast corresponent, el software informàtic del qual disposa el rugosímetre, permet aplicar l'acció de calcular l'àrea del forat produït pel desgast (Fig. 6.22.).

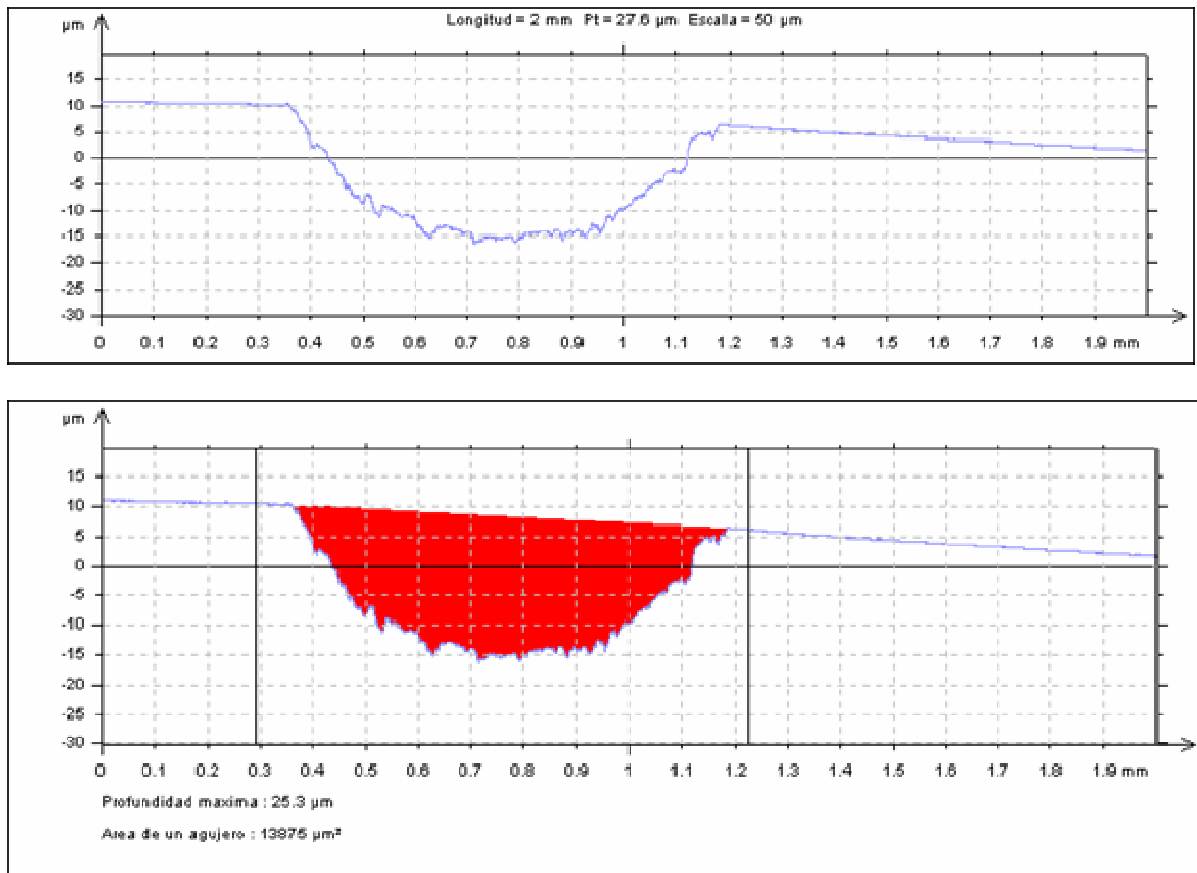


Fig. 6.23.-Càlcul de la secció de desgast d'un assaig Pin-on-Disk (10% - 25h premsat en fred).

Una vegada obtingut el valor de l'àrea de la secció del canal de desgast (Fig. 6.23.) es procedeix al càlcul del paràmetre específic de desgast, d'acord amb la norma "ASTM G-99", introduint les dades al programa informàtic de l'assaig, el qual aplica la fórmula següent:

$$Specific_wear_Rate \left(\frac{m^3}{m \cdot N} \right) = \frac{volumeloss(m^3)}{distance(m) \cdot load(N)} = \frac{[2 \cdot \pi \cdot R(m)] \cdot [weartrackarea(m^2)]}{distance(m) \cdot load(N)}$$

El resultat de l'assaig de desgast pin-on-disk és un valor de velocitat que ens dona informació sobre la quantitat (volum) de material que s'arranca per unitat de distància (m) recorreguda i per unitat de càrrega (N) aplicada.

6.8. Anàlisi metal·logràfic

L'anàlisi metal·logràfic s'ha dut a terme mitjançant microscòpia electrònica. El microscopi electrònic d'escombrat (SEM), que s'ha utilitzat per a la caracterització de la pols, és de la marca JEOL, model "JSM-5600" equipat amb un dispositiu d'anàlisi EDS (espectròmetre d'energia dispersada de raigs X), marca "Oxford model ISIS L300" (Fig. 6.24.).



Fig. 6.24.-*Microscopi electrònic SEM “JEOL JSM 5600” localitzat al Centre Tecnològic de Vilanova i la Geltrú.*

L'estudi de les imatges capturades s'ha realitzat mitjançant un microscòpic òptic invertit de la casa LEICA model “MEF4M” (Fig. 6.25.), aquestes imatges han estat processades per mitjà d'un software d'anàlisi d'imatges “Q500MW” del qual esta dotat aquest equip. Aquest programa es basa en un sistema binari que detecta l'escala de grisos de la imatge i, juntament amb les correccions manuals realitzades, es defineix l'àrea objecte a estudi.



Fig. 6.25.-*Microscopi òptic LEICA “MEF4M” localitzat al Centre Tecnològic de Vilanova i la Geltrú.*

7. Resultats experimentals

7.1. Anàlisi de la matriu metàl·lica: Al-12Si

Primer de tot, per tal de tenir uns valors de referència per a la interpretació dels resultats que s'obtinguin en els posteriors assaigs amb la pols molturada i mesclada, s'ha dedicat un temps a fer un anàlisi exhaustiu de la matriu metàl·lica en el seu estat comercial.

7.1.1. Resultats Al-12Si: Anàlisi metal·logràfic

Taula 7.1.-Taula de resultats de l'anàlisi granulomètric, Al12Si.

Al-12Si							
Mean	Median	S.D.	< 10%	< 25%	< 50%	< 75%	< 90%
[μm]							
77,850	76,700	22,440	54,390	64,710	76,700	90,330	105,000

7.1.2. Resultats Al-12Si: Duresa

A la taula 7.2. es mostren els resultats de duresa obtinguts.

Taula 7.2.-Taula de resultats de les microdureses, Al12Si.

Al-12Si		
	Dureses [HV ₁]	Std. Dev.
FRED	68	0,9
CALENT	122	2,4

7.1.3. Resultats Al-12Si: Pin-on-Disk

A la taula 7.3. es poden observar els valors de velocitat de desgast i coeficient de fricció, obtinguts a partir de mesurar el canal produït per l'assaig de Pin-on-Disk.

Taula 7.3.-Taula de resultat de l'assaig Pin-on-Disk, Al12Si.

Al-12Si				Assaig Pin-On-Disk			
	Cicles N°	Area mitja [μm ²]	Des. Std.	Coeficient de fricció			Vel. Desgast [m ² /N]
				μ màx.	μ mitjà	μ mín.	
FRED	1000	1966	32,72	0,1457	0,1234	0,1121	9,81 * E-14
CALENT	1000	1229	45,65	0,1479	0,1330	0,1139	3,07 * E-14

7.2. Anàlisi de la fase reforç: SiC

El SiC no serà subjecte a un anàlisi tant exhaustiu com la matriu metàl·lica degut a que actua com a reforç ceràmic amb la finalitat de millorar les propietats de l'Al12Si. Tant sols ens centrarem en fer un anàlisi granulomètric.

Taula 7.4.-Taula de resultats de l'anàlisi granulomètric, Al12Si.

SiC							
Mean	Median	Des. Std.	< 10%	< 25%	< 50%	< 75%	< 90%
[μm]							
3,348	3,116	2,058	0,756	1,685	3,116	4,666	6,253

7.3. Anàlisi de pols molturada

En aquest apartat s'estudiaran les propietats mecàniques de l'Al12Si reforçat amb SiC per a cadascuna de les condicions de molturació i premsat, descrites en els apartats anteriors del procés experimental. Aquestes condicions comprenen diferents temps de molturació (15, 25, 30, 35 i 40 hores) i dos compactacions per a cada temps, una primera en fred i la següent en calent.

Per tal de tenir uns valors de referència per a la interpretació dels resultats que s'obtinguin en els posteriors assaigs amb la pols reforçada i molturada, s'ha dedicat un temps a realitzar el mateix procés amb pols sense reforçar, i veure així la importància del SiC.

7.3.1. Resultats de pols molturada: Anàlisi granulomètric

En les següents taules, es mostren els resultats obtinguts en l'anàlisi granulomètric de les diferents mostres analitzades, segons el percentatge de SiC amb el que ha estat reforçat.

Taula 7.5.- Resultats de l'anàlisi granulomètric de la matriu molturada (Al12Si).

Al-12Si								
Temps	Mean	Median	Std. Dev.	< 10%	< 25%	< 50%	< 75%	< 90%
[h]	[μm]							
15	101,300	87,430	73,450	15,930	41,880	87,430	149,200	208,100
25	19,390	14,770	17,260	3,620	7,664	14,770	25,430	41,670
30	11,590	9,017	9,424	2,272	4,698	9,017	15,700	24,960
35	7,581	5,447	6,946	1,355	2,814	5,447	9,789	16,750
40 *	13,370	7,990	13,390	1,629	3,455	7,990	19,610	34,260
(*) Els valors obtinguts a les 40 hores de molturat estan alterats com a possible conseqüència de fenòmens d'aglomeració, descartant-los per a l'anàlisi posterior de resultats.								

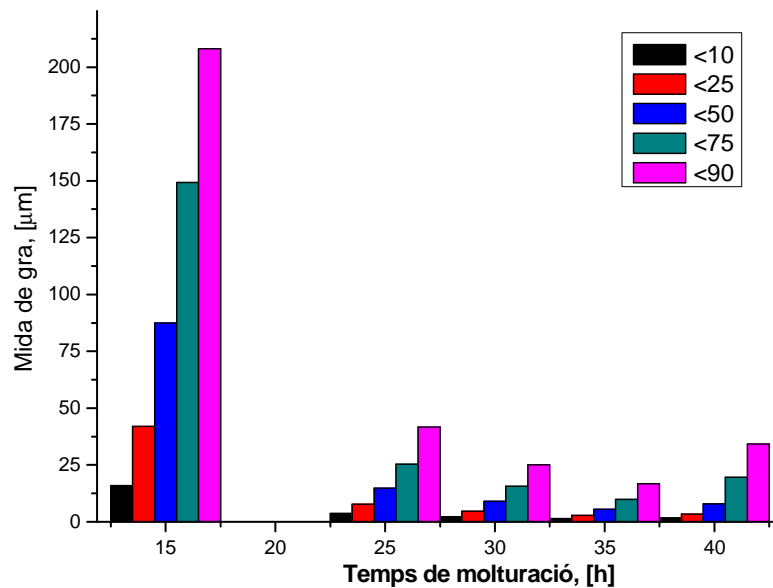


Fig. 7.1.-Anàlisi granulomètric de la matriu molturada (Al12Si).

Taula 7.6.- Resultats de l'anàlisi granulomètric del MMC base (Al12Si + 10%SiC).

Al-12Si +10%SiC								
Temps	Mean	Median	Std. Dev.	< 10%	< 25%	< 50%	< 75%	< 90%
[h]	[μm]							
15	22,930	17,950	19,280	3,660	8,777	17,950	31,440	49,050
25	4,134	2,656	4,273	0,641	1,042	2,656	5,516	9,872
30	4,776	2,931	5,323	0,693	1,234	2,931	6,094	11,190
35	4,060	2,957	3,479	0,728	1,339	2,957	5,655	9,526
40*	3,581	2,648	3,103	0,679	1,180	2,648	4,860	8,188
(*): Els valors obtinguts a les 40 hores de molturat estan alterats com a possible conseqüència de fenòmens d'aglomeració, descartant-los per a l'anàlisi posterior de resultats.								

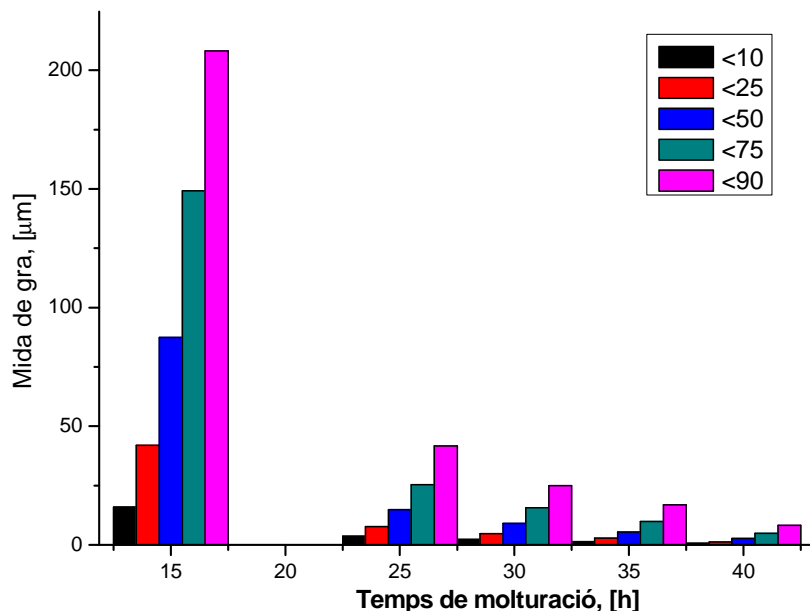


Fig. 7.2.- Anàlisi granulomètric del MMC base (Al12Si + 10%SiC).

Taula 7.7.- Resultats de l'anàlisi granulomètric del MMC base (Al12Si + 20%SiC).

Al-12Si +20%SiC								
Temps	Mean	Median	Std. Dev.	< 10%	< 25%	< 50%	< 75%	< 90%
[h]	[µm]							
15	10,350	7,438	9,677	1,018	3,168	7,438	14,240	24,160
25	6,148	4,217	6,446	0,704	2,189	4,217	7,691	12,350
30	3,925	3,163	2,952	0,616	1,727	3,163	5,647	8,447
35	3,795	2,795	3,306	0,741	1,367	2,795	5,090	8,930
40	4,202	2,866	4,064	0,755	1,405	2,866	5,370	9,723
(*): Els valors obtinguts a les 40 hores de molturat estan alterats com a possible conseqüència de fenòmens d'aglomeració, descartant-los per a l'anàlisi posterior de resultats.								

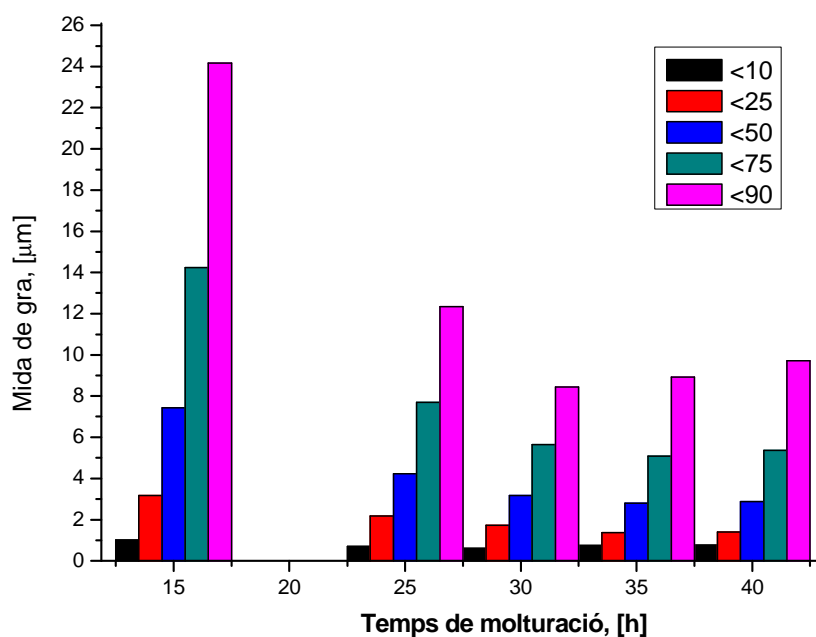


Fig. 7.3.- Anàlisi granulomètric del MMC base (Al12Si + 20%SiC).

Taula 7.8.-Resultats de l'anàlisi granulomètric del MMC base (Al12Si + 30%SiC).

Al-12Si +30%SiC								
Temps	Mean	Median	Std. Dev.	< 10%	< 25%	< 50%	< 75%	< 90%
[h]	[µm]							
15	10,090	7,044	9,690	1,057	2,731	7,044	14,460	23,080
25	3,590	2,732	2,923	0,696	1,227	2,732	5,067	8,117
30	8,726	5,223	8,953	0,669	2,281	5,223	12,160	26,220
35	3,028	2,089	2,961	0,624	0,960	2,089	3,771	6,875
40	2,857	2,065	2,615	0,628	0,968	2,065	3,673	6,299
(*): Els valors obtinguts a les 40 hores de molturat estan alterats com a possible conseqüència de fenòmens d'aglomeració, descartant-los per a l'anàlisi posterior de resultats.								

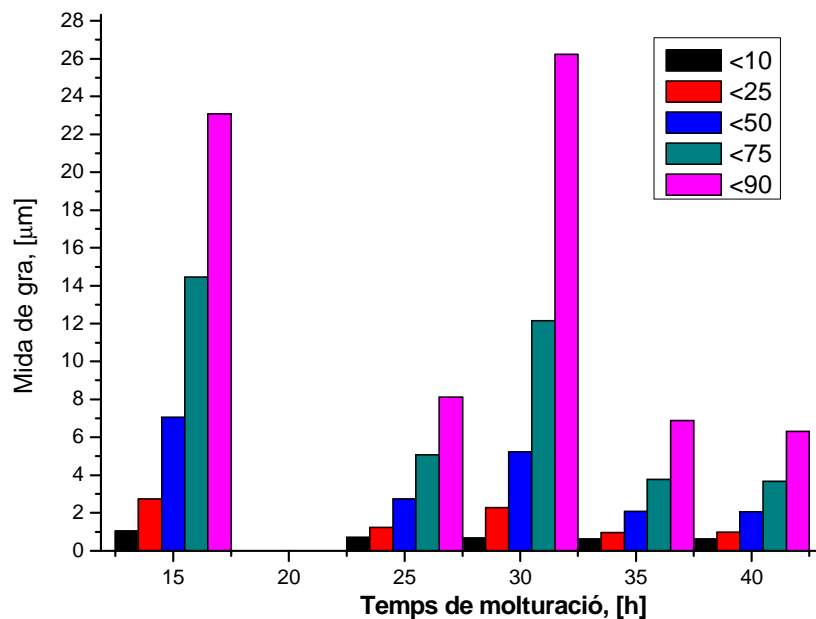


Fig. 7.4.- Anàlisi granulomètrica del MMC base (Al12Si + 30%SiC).

7.3.2. Resultats de pols molturada: Anàlisi Duresa

En les següents taules, es poden observar els valors de duresa obtinguts sobre les diferents mostres analitzades, segons el percentatge de SiC amb el que ha estat reforçat.

Taula 7.9.- Resultats de dureses de la matriu molturada (Al12Si).

Al 12Si			
Temps [h]		Dureses [HV ₁]	Std. Dev.
FRED	15	*	*
	25	59	7,1
	30	74	7,5
	35	72	5,7
	40	78	2,3
CALENT	15	89	2,4
	25	131	3,4
	30	175	4
	35	186	15,8
	40	244	3,7
(*): L'avaluació de les dureses per a les mostra de 15h no ha estat possible degut a l'esfondrament de la mateixa sota aplicació de càrrega.			

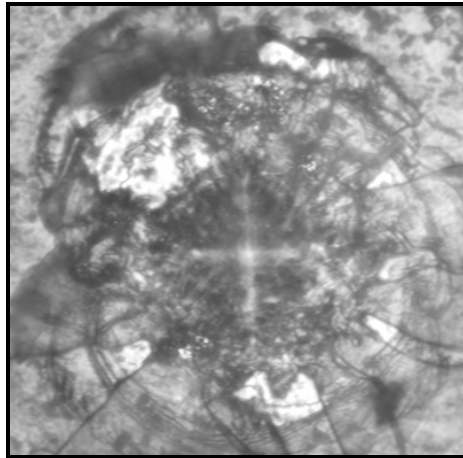


Fig. 7.5.- Imatge de la petjada de duresa de la mostra Al12Si, 15 hores.

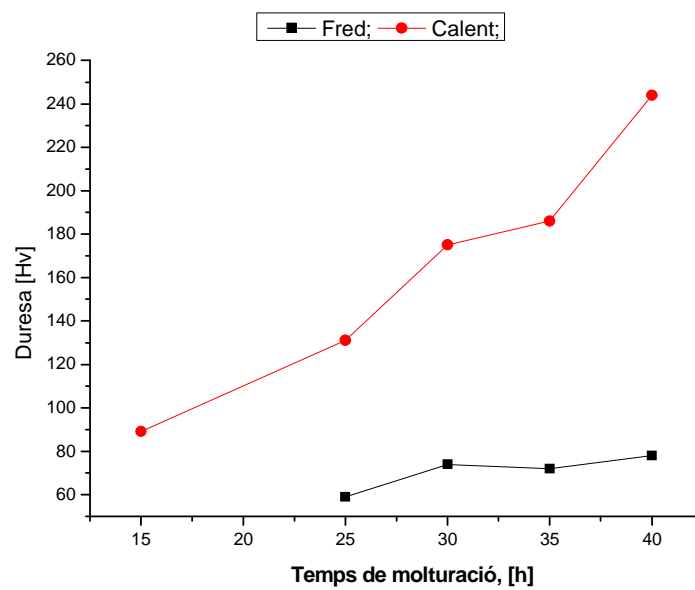


Fig. 7.6.-Gràfic de les microdureses de la matriu molturada (Al12Si).

Taula 7.10.- Resultats de dureses del MMC base (Al12Si + 10%SiC).

Al 12Si + 10%SiC			
Temps [h]		Dureses [HV ₁]	Std. Dev.
FRED	15	134	13,2
	25	200	5,5
	30	195	5,4
	35	192	5,9
	40	216	6,8
CALENT	15	172	6,7
	25	279	7,6
	30	318	5,9
	35	434	22,7
	40	447	19,2

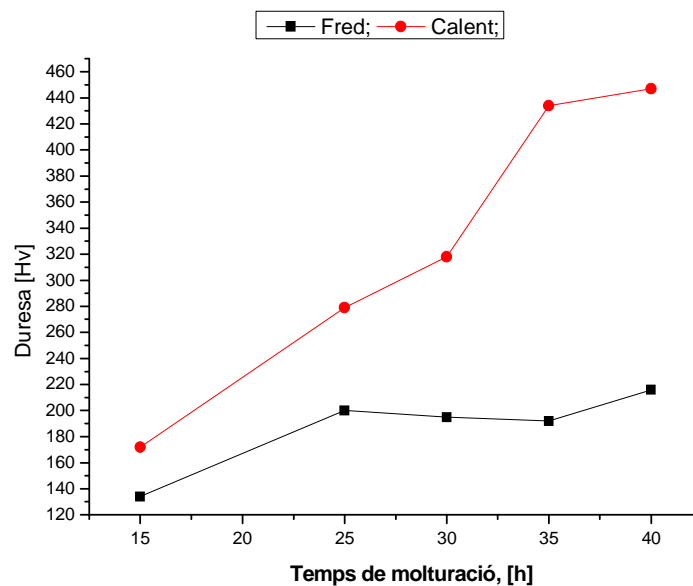


Fig. 7.7.- Gràfic de les microdureses del MMC base (Al12Si + 10%SiC).

Taula 7.11.- Resultats de dureses del MMC base (Al12Si + 20%SiC).

Al 12Si + 20%SiC			
Temps [h]		Dureses [HV ₁]	Std. Dev.
FRED	15	164	7,7
	25	197	4,6
	30	221	4,7
	35	219	3,9
	40	217	7,3
CALENT	15	284	4,1
	25	413	7,1
	30	489	34,0
	35	496	15,9
	40	520	14,1

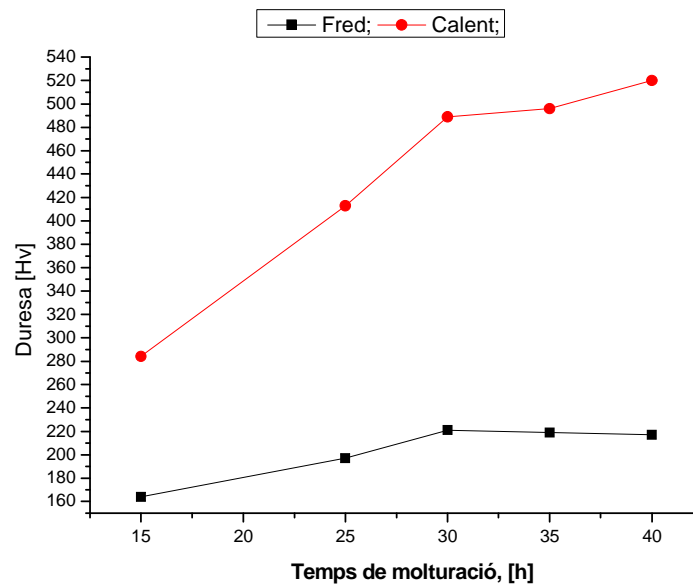


Fig. 7.8.- Gràfic de les microdureses del MMC base (Al12Si + 20%SiC).

Taula 7.12.- Resultats de dureses del MMC base (Al12Si + 30%SiC).

Al 12Si + 30%SiC			
Temps [h]		Dureses [HV ₁]	Std. Dev.
FRED	15	149	6,1
	25	167	9,1
	30	211	4,7
	35	225	8,9
	40	226	6,4
CALENT	15	313	14,5
	25	418	14,6
	30	460	15,1
	35	479	29,6
	40	440	11,6

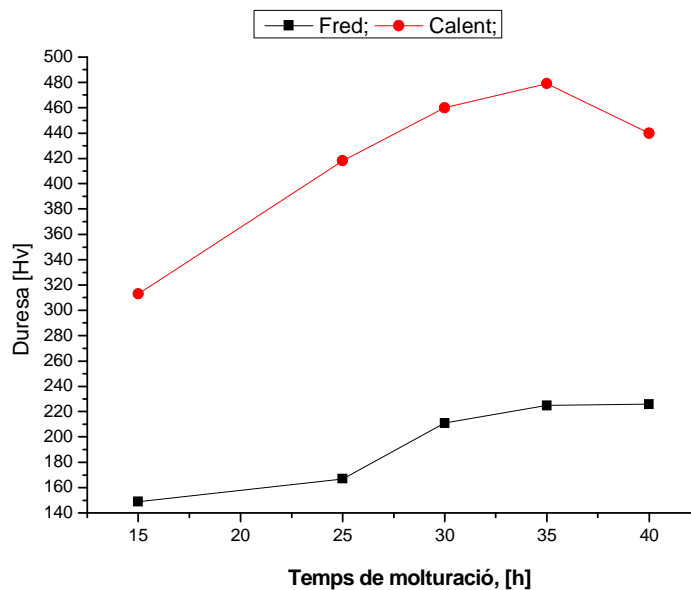


Fig. 7.9.- Gràfic de les microdureses del MMC base (Al12Si +30%SiC).

7.3.3. Resultats de pols molturada: Pin-on-Disk

En les següents taules, es mostren els resultats obtinguts en els assaig Pin-on-Disk de les diferents mostres analitzades, segons el percentatge de SiC amb el que ha estat reforçat. Aquests resultats inclouen els paràmetres descrits en l'apartat 6.7; coeficient de fricció, àrea de desgast i velocitat de desgast

Taula 7.13.-Resultats de l'assaig Pin-on-Disk de la matriu molturada (Al12Si).

Al-12Si					Assaig Pin-On-Disk			
Temps [h]		Cicles Nº	Area mitja [µm²]	Desviació	Coeficient de fricció			Vel. Desgast [m²/N]
					µ màx.	µ mitjà	µ mín.	
FRED	15	1000	*	*	*	*	*	*
	25	1000	164500	5372	0,1616	0,0806	0,0252	1,64E-11
	30	1000	69543	5037	0,1230	0,0784	0,0363	6,94E-12
	35	1000	47213	4338	0,1104	0,0788	0,0607	4,71E-12
	40	1000	64575	3030	0,1169	0,0829	0,0611	6,31E-12
CALET	15	1000	1242	199	0,1269	0,0878	0,0519	1,24E-13
	25	1000	5036	294	0,1117	0,0909	0,0676	5,03E-13
	30	1000	344	17	0,1418	0,1282	0,1047	3,44E-14
	35	1000	1659	101,05	0,1628	0,0977	0,0164	1,66E-13
	40	1000	378	41	0,1594	0,1385	0,1001	3,76E-14
(*)L'avaluació del desgast per a la mostra de 15h no ha estat possible degut al desprendiment general del material durant l'assaig, la qual cosa ha impossibilitat la realització d'una mesura del canal.								



Fig. 7.10.- Imatge de la proveta resultant després de l'assaig Pin-on-Disk, mostra Al12Si, 15 hores.

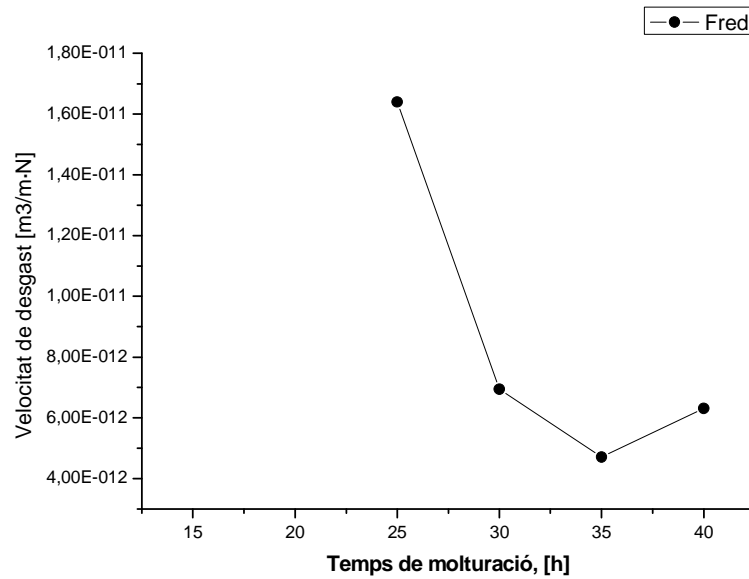


Fig. 7.11.- Gràfic de l'assaig Pin-on-Disk, de la matriu molturada (Al12Si), sota condicions en fred.

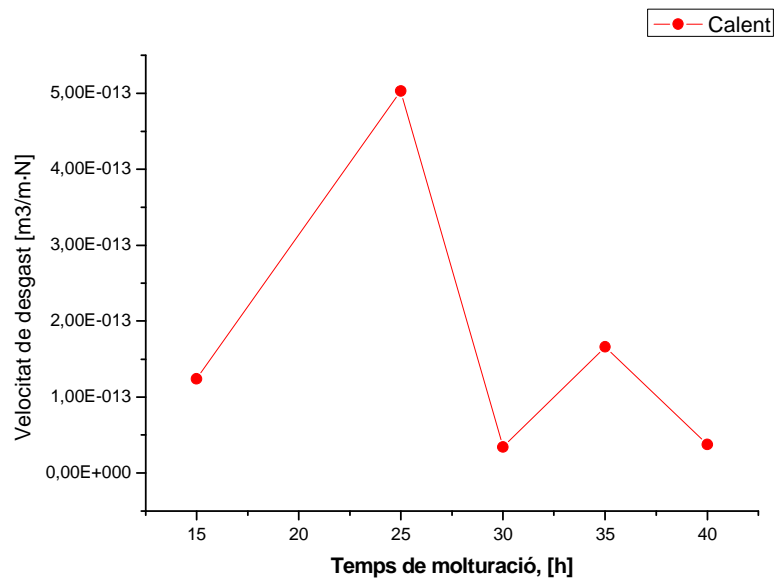


Fig. 7.12.- Gràfic de l'assaig Pin-on-Disk, de la matriu molturada (Al12Si), sota condicions en calent.

Taula 7.14.-Resultats de l'assaig Pin-on-Disk del MMC base (Al12Si +30%SiC).

Al-12Si + 10%SiC					Assaig Pin-On-Disk			
Temps [h]	Cicles N°	Area mitja [μm^2]	Desviació		Coeficient de fricció			Vel. Desgast [m^2/N]
					μ màx.	μ mitjà	μ mín.	
FRED	15	5000	179429	13075	0,1469	0,0856	0,0625	1,79E-12
	25	5000	1056	113	0,1128	0,1043	0,0775	2,10E-14
	30	10000	71383	2480	0,1376	0,1034	0,0706	3,57E-13
	35	10000	786	66	0,1173	0,1138	0,1089	3,93E-15
	40	10000	476	25	0,1028	0,0999	0,0912	2,38E-15
CALENT	15	20000	2062	256	0,1109	0,1040	0,1009	2,58E-15
	25	20000	142	8	0,1103	0,1054	0,0997	1,77E-16
	30	20000	60	7	0,1090	0,1067	0,0971	7,52E-17
	35	20000	49	3	0,1119	0,1073	0,1015	6,16E-17
	40	20000	361	38	0,1385	0,1108	0,1059	4,51E-16

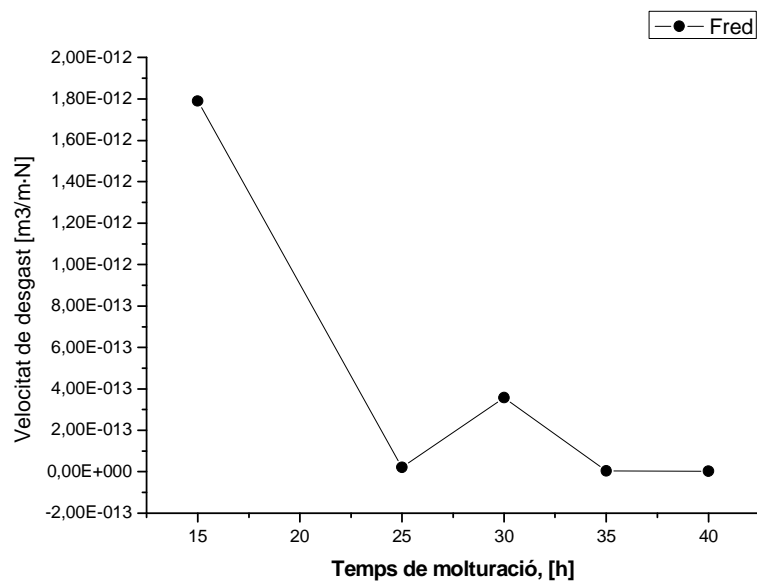


Fig. 7.13.- Gràfic de l'assaig Pin-on-Disk, del MMC base (Al12Si + 10%SiC), sota condicions en fred.

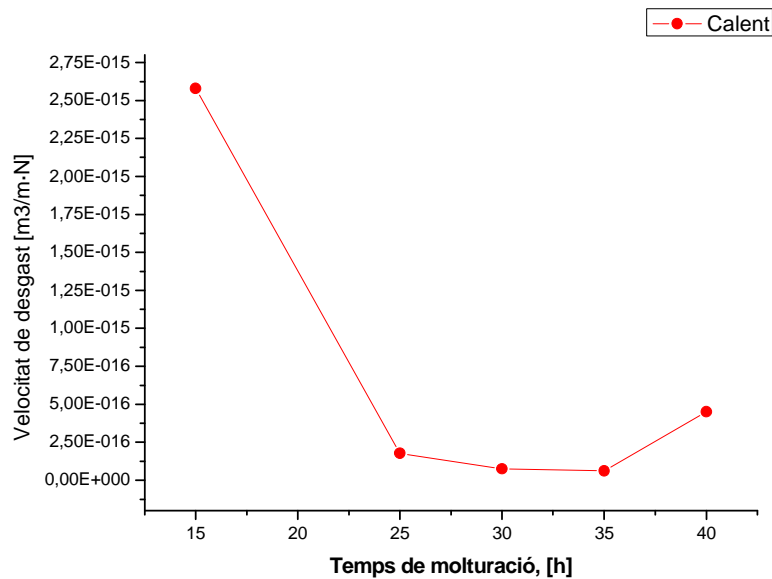


Fig. 7.14.- Gràfic de l'assaig Pin-on-Disk, del MMC base (Al12Si + 10%SiC), sota condicions en calent.

Taula 7.15.- Resultats de l'assaig Pin-on-Disk del MMC base (Al12Si + 20%SiC).

Al-12Si + 20%SiC					Assaig Pin-On-Disk			
Temps [h]		Cicles Nº	Area mitja [µm ²]	Desviació	Coeficient de fricció			Vel. Desgast [m ² /N]
					µ màx.	µ mitjà	µ min.	
FRED	15	5000	14997	619	0,1137	0,0951	0,0840	1,50E-13
	25	5000	267	31	0,1081	0,1038	0,0950	2,66E-15
	30	10000	382	21	0,1039	0,1007	0,0982	3,82E-15
	35	10000	2081	241	0,1294	0,1255	0,1073	5,20E-15
	40	10000	1215	124	0,1138	0,1117	0,0996	6,08E-15
CALENT	15	20000	193	9	0,1195	0,1147	0,1119	2,41E-16
	25	20000	37	2	0,1095	0,1077	0,1059	4,58E-17
	30	20000	24	4	0,1065	0,1048	0,1028	2,96E-17
	35	20000	13	2	0,1097	0,1069	0,1036	1,66E-17
	40	20000	302	45	0,1156	0,1070	0,1032	1,37E-15

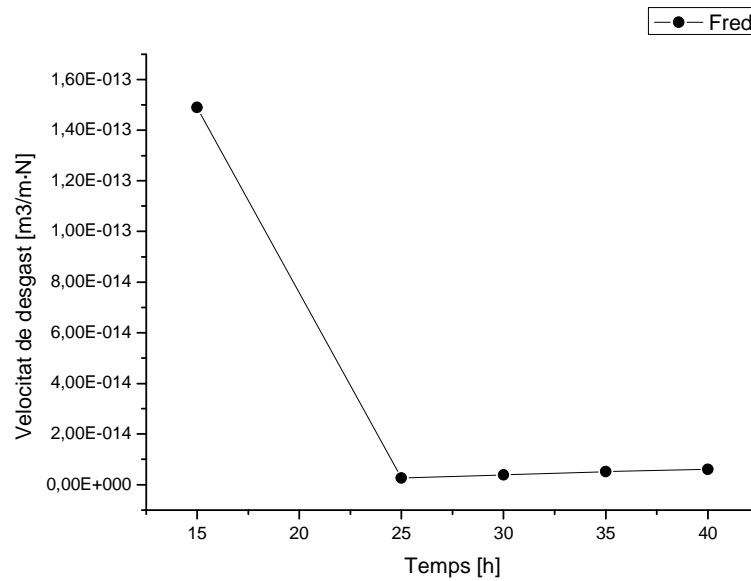


Fig. 7.15.- Gràfic de l'assaig Pin-on-Disk, del MMC base (Al₁₂Si + 20%SiC), sota condicions en fred.

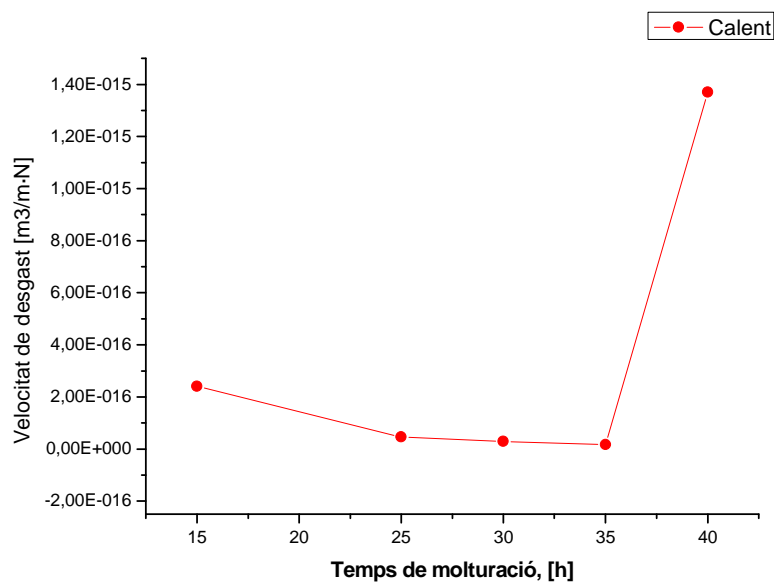


Fig. 7.16.- Gràfic de l'assaig Pin-on-Disk, del MMC base (Al₁₂Si + 20%SiC), sota condicions en calent.

Taula 7.16.- Resultats de l'assaig Pin-on-Disk del MMC base (Al12Si + 30%SiC).

Al-12Si + 30%SiC					Assaig Pin-On-Disk			
Temps [h]		Cicles Nº	Area mitja [µm ²]	Desviació	Coeficient de fricció			Vel. Desgast [m ² /N]
					µ màx.	µ mitjà	µ min.	
FRED	15	5000	123500	6481	0,1142	0,0963	0,0044	1,23E-12
	25	10000	93100	5912	0,1575	0,1124	0,0610	2,33E-13
	30	10000	6365	401	0,1325	0,1152	0,1014	1,59E-14
	35	10000	7373	526	0,1431	0,1295	0,1197	1,84E-14
	40	10000	2569	224	0,1249	0,1200	0,1097	1,18E-14
CALENT	15	20000	137	15	0,1260	0,1106	0,0774	1,37E-15
	25	20000	1509	86	0,1204	0,1130	0,1078	1,89E-15
	30	20000	3637	225	0,1162	0,1083	0,1041	4,54E-15
	35	20000	797	35	0,1139	0,1107	0,1027	9,96E-16
	40	20000	2126	313	0,1119	0,1041	0,0991	2,66E-15

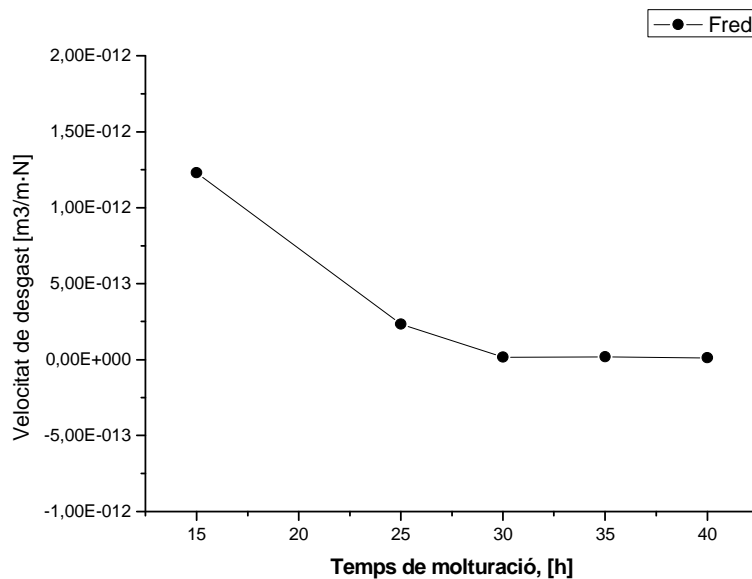


Fig. 7.17.- Gràfic de l'assaig Pin-on-Disk, del MMC base (Al12Si + 30%SiC), sota condicions en fred.

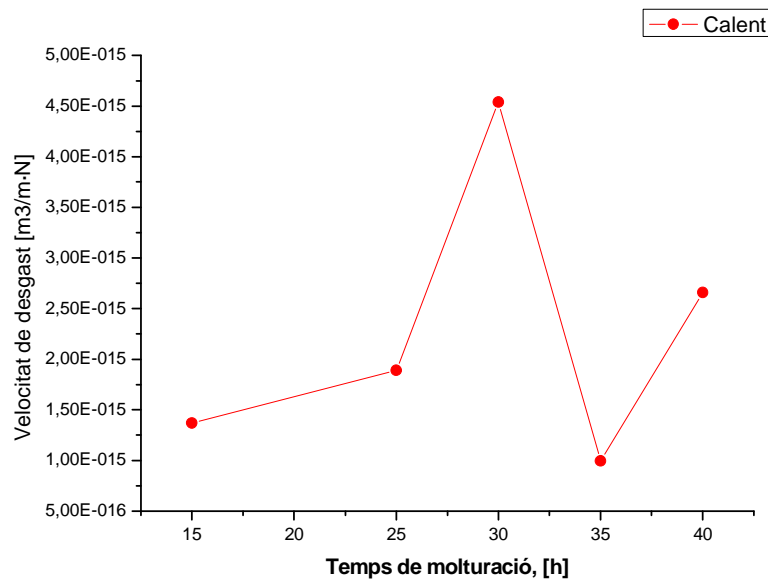


Fig. 7.18.- Gràfic de l'assaig Pin-on-Disk, del MMC base (Al12Si + 30%SiC), sota condicions en calent.

Posteriorment, s'ha efectuat un anàlisi metal·logràfic SEM dels canals de desgast de les diferents mostres analitzades. A la Fig. 7.19. es pot observar les micrografies SEM dels canals de desgast dels compactes de pols molturada de fase matriu, sense reforç.

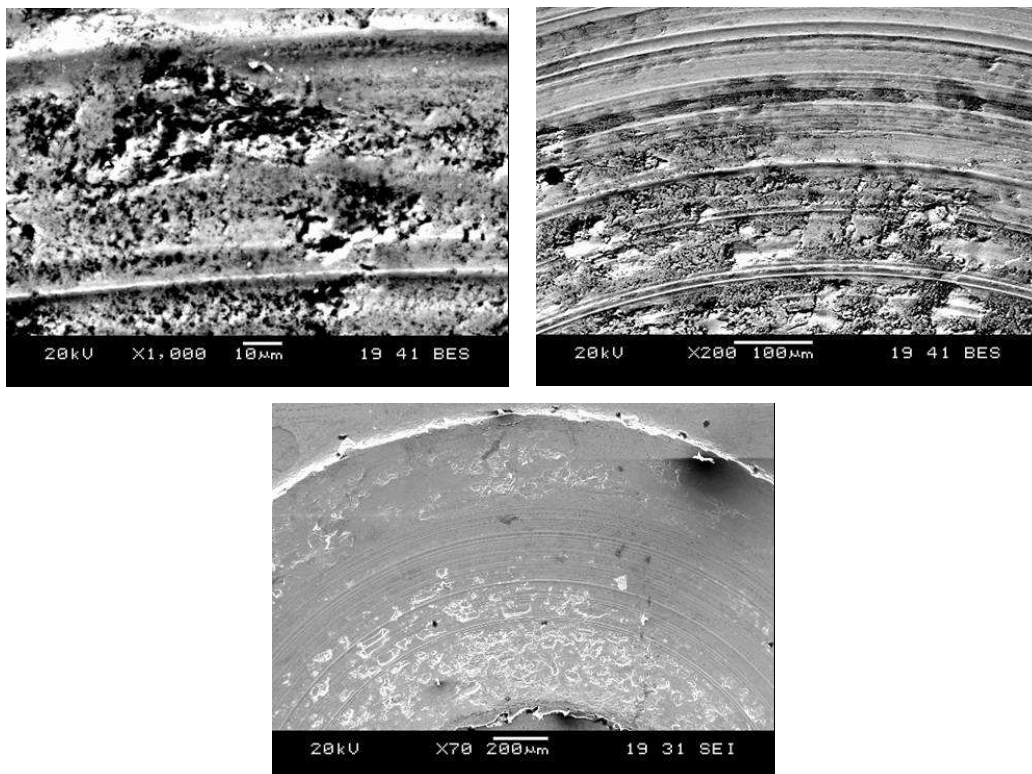


Fig. 7.19.- Micrografies SEM del canal de desgast de la matriu sense reforç.

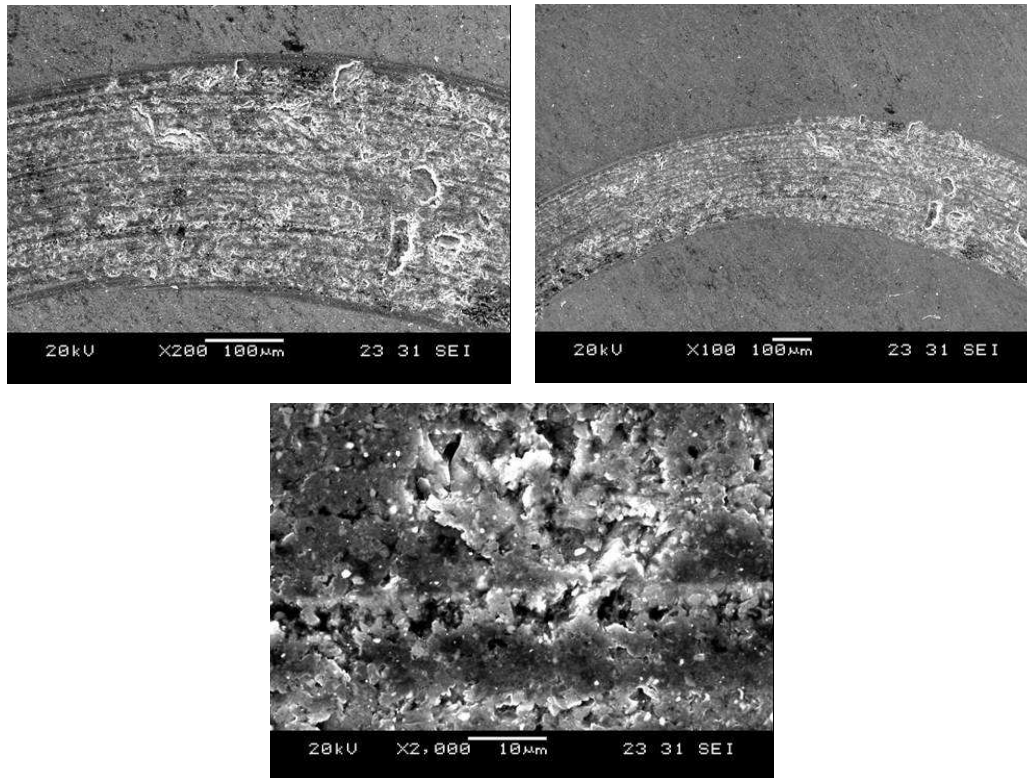


Fig. 7.20.-Micrografies SEM del canal de desgast del MMC ($Al_{12}Si + 20\%SiC$).

7.3.4. Resultats de pols molturada: Metal·logràfic

La caracterització microestructural del material molturat en forma de pols, un cop compactat i degudament polit, s'ha dut a terme per microscòpia SEM Fig. 7.21, mitjançant la qual s'ha pogut observar tant la microestructura com la mida de partícula que presenta la fase ceràmica de reforç.

Una vegada s'ha realitzat l'estudi de les imatges capturades amb SEM, s'han obtingut els valors de la mida de partícula que presenta la fase ceràmica de reforç a les 40 hores per les tres composicions, Taula 7.17 i Fig. 7.22.

Taula 7.17.- Taula de resultats de mida de SiC per a les 40 hores.

Material		+ 10% SiC	+ 20% SiC	+ 30% SiC
Temps	[h]	40	40	40
Terme mitjà	[µm]	0,6	0,9	2,2
Màxim		1	1,1	3,4
Mínim		0,4	0,6	1,7
Des. Std.		0,2	0,2	0,6

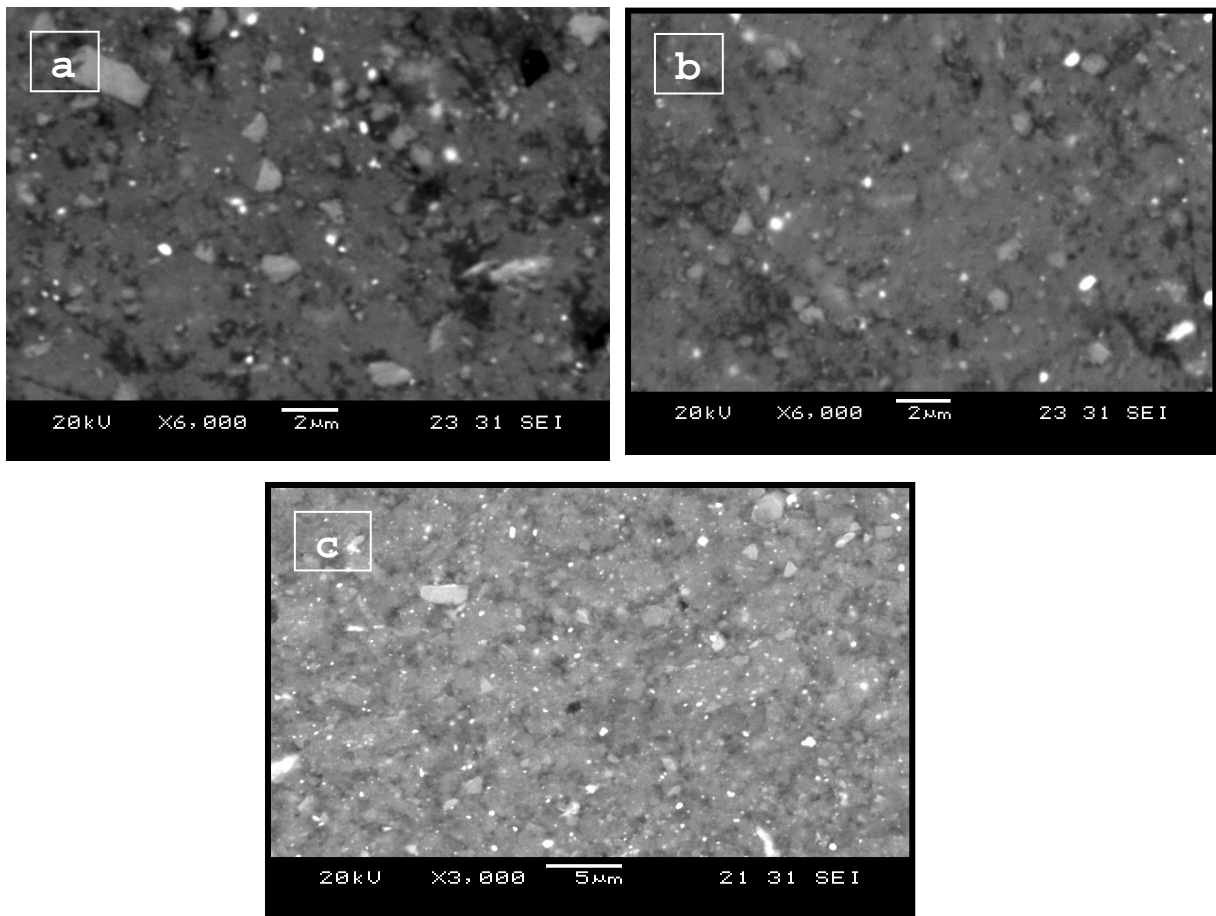


Fig. 7.21.-Micrografies SEM de la microestructura de les pols molturada 40 hores; a) Al₁₂Si+10%SiC; b) Al₁₂Si+20%SiC; c) Al₁₂Si+30%SiC

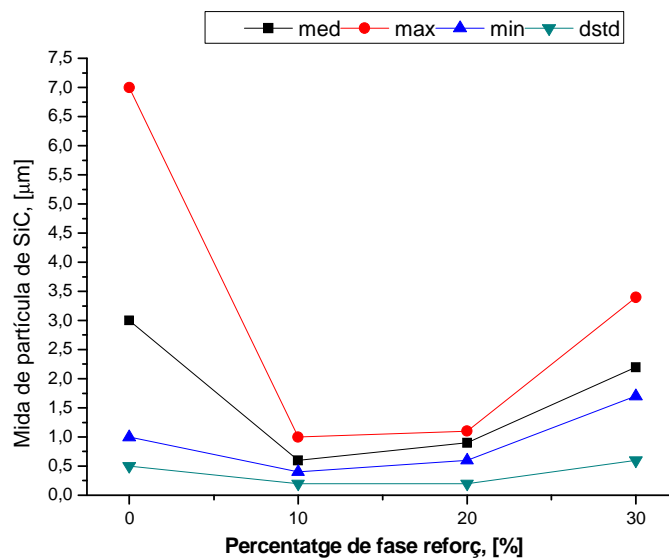


Fig. 7.22.-Relació de la mida final de partícula de SiC amb el contingut de reforç.

8. Anàlisi de resultats

8.1. Granulometria

Un cop observats els resultats dels anàlisis de granulometria presents en la taula 8.1. i representats en les figures Fig. 8.1. i 8.2; cal destacar diferents aspectes.

Taula 8.1.- Taula general de granulometria de la pols molturada.

Material	Temps	Mean	Median	Std. Dev.	< 10%	< 25%	< 50%	< 75%	< 90%
	[h]	[μm]							
+ Al ₁₂ Si	15	101,300	87,430	73,45	15,930	41,880	87,430	149,2	208,1
	25	19,390	14,770	17,26	3,620	7,664	14,770	25,43	41,67
	30	11,590	9,017	9,424	2,272	4,698	9,017	15,70	24,96
	35	7,581	5,447	6,946	1,355	2,814	5,447	9,789	16,75
	40	13,370	7,990	13,39	1,629	3,455	7,990	19,61	34,26
+ 10%SiC	15	22,930	17,950	19,28	3,660	8,777	17,950	31,44	49,05
	25	4,134	2,656	4,273	0,641	1,042	2,656	5,516	9,872
	30	4,776	2,931	5,323	0,693	1,234	2,931	6,094	11,19
	35	4,060	2,957	3,479	0,728	1,339	2,957	5,655	9,526
	40	3,581	2,648	3,103	0,679	1,180	2,648	4,860	8,188
+ 20%SiC	15	10,350	7,438	9,677	1,018	3,168	7,438	14,24	24,16
	25	6,148	4,217	6,446	0,704	2,189	4,217	7,691	12,35
	30	3,925	3,163	2,952	0,616	1,727	3,163	5,647	8,45
	35	3,795	2,795	3,306	0,741	1,367	2,795	5,090	8,930
	40	4,202	2,866	4,064	0,755	1,405	2,866	5,370	9,723
+ 30%SiC	15	10,090	7,044	9,690	1,057	2,731	7,044	14,46	23,08
	25	3,590	2,732	2,923	0,696	1,227	2,732	5,067	8,117
	30	8,726	5,223	8,953	0,669	2,281	5,223	12,16	26,22
	35	3,028	2,089	2,961	0,624	0,960	2,089	3,771	6,875
	40	2,857	2,065	2,615	0,628	0,968	2,065	3,673	6,299
* La granulometria esta representada en funció del percentatge de pols analitzat, expressant el % de mostra que es troba per sota del diàmetre mesurat; per al 10, 25, 50, 75 i 90% de la mostra mesurada.									

En la molturació de la fase metàl·lica, sense presència de reforç ceràmic, s'aprecien dues tendències ben diferenciades; una primera fase de disminució de la mida de partícula de pols amb l'augment de les hores de molturat fins les 35 hores, seguida d'una segona fase, compresa entre les 35 i les 40 hores, on s'aprecia un fort augment de la mida de partícula de pols atribuïble probablement a l'efecte de processos d'aglomeració.

S'aprecia una disminució de la mida de partícula de pols, a nivell general i en la molturació de les composicions analitzades de MMC's, amb l'augment de les hores de molturat. Tot i això, també s'aprecien possibles efectes d'aglomeració en alguns dels valors obtinguts a 40 hores, tot i que a menor escala degut a l'efecte del reforç.

Descartant doncs, els valors corresponents a les mesures de la pols a 40 hores de molturat, s'aprecia la disminució de la mida de partícula de pols tant amb l'augment de les hores de molturat com amb l'augment del contingut de fase ceràmica de reforç.

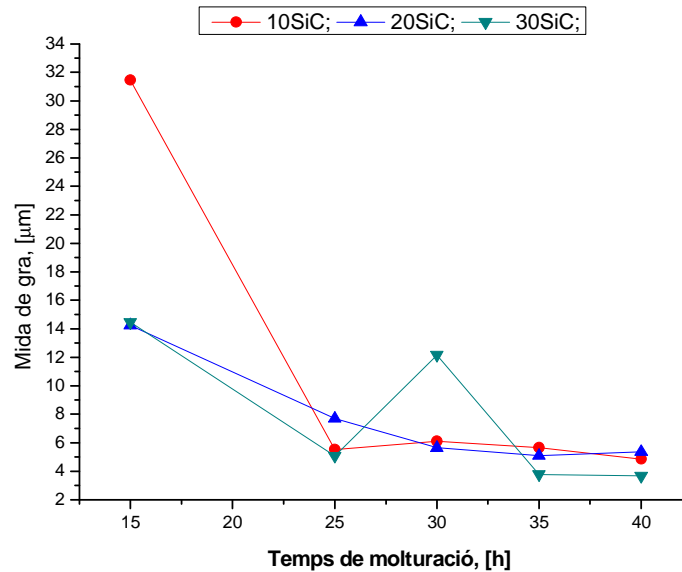


Fig.8.1.- Gràfica comparativa de granulometria de pols fins al 75% de cada mostra analitzada.

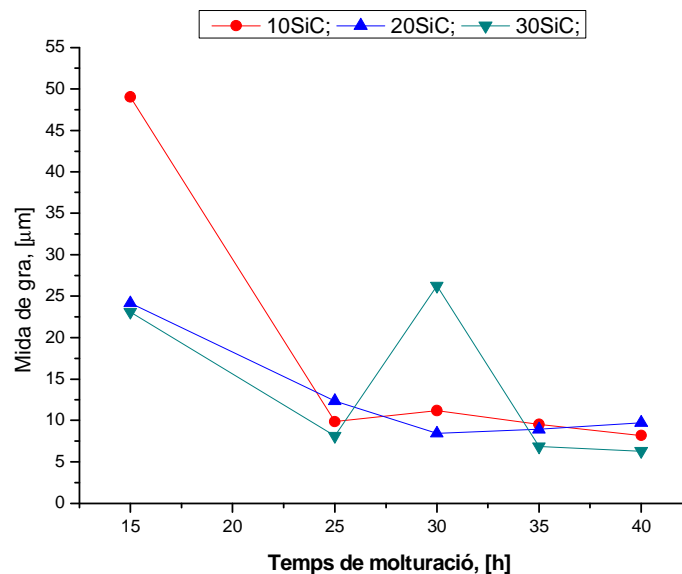


Fig. 8.2.- Gràfica comparativa de granulometria de pols fins al 90% de cada mostra analitzada.

8.2. Dureses

Un cop observats els resultats dels assaigs de microdureses presents en la taula 8.2. i representats en la Fig. 8.3. i 8.4; s'aprecien diferents aspectes a destacar. Els valors de duresa més elevats s'han presentat en les mostres en calent de 40 i 35 hores, de les composicions Al12Si+20%SiC.

Els valors de duresa més baixos s'han presentat en les mostres de composició Al12Si.

En quant a les hores de molturació, s'observa una clar augment progressiu de la duresa del material compactat amb l'augment de les hores de molturació.

Tot i això, en concordança amb el que teòricament caldria esperar, la duresa d'aquest tipus de MMC's augmenta proporcionalment amb el contingut de fase reforç, de naturalesa ceràmica i de gran duresa com es el cas del SiC, sense tenir en compte les hores de molturat.

Taula 8.2.- Taula general de microdureses dels compactes estudiats.

Material		Al12Si		+ 10%SiC		+ 20%SiC		+ 30%SiC	
Temps [h]		HV	Std. Dev.	HV	Std. Dev.	HV	Std. Dev.	HV	Std. Dev.
FRED	15	-	-	134	13,2	164	7,7	149	6,1
	25	59	7,1	200	5,5	197	4,6	167	9,1
	30	74	7,5	195	5,4	221	4,7	211	4,7
	35	72	5,7	192	5,9	219	3,9	225	8,9
	40	78	2,3	216	6,8	217	7,3	226	6,4
CALENT	15	89	2,4	172	6,7	284	4,1	313	14,5
	25	131	3,4	279	7,6	413	7,1	418	14,6
	30	175	4,0	318	5,9	489	34,0	460	15,1
	35	225	64,8	434	22,7	496	15,9	479	29,6
	40	244	3,7	447	19,2	520	14,1	440	11,6

➤ Condicions de compactació en fred:

Els valors de duresa més elevats s'han presentat en les mostres de composició Al12Si+30%SiC amb 40 hores de molturació.

En quant a les hores de molturació, s'observa una clar augment progressiu de la duresa del material compactat amb l'augment de les hores de molturació.

Tot i això, en concordança amb el que teòricament caldria esperar, la duresa d'aquest tipus de MMC's augmenta proporcionalment amb el contingut de fase reforç, de naturalesa ceràmica i de gran duresa com es el cas del SiC, sense tenir en compte les hores de molturat.

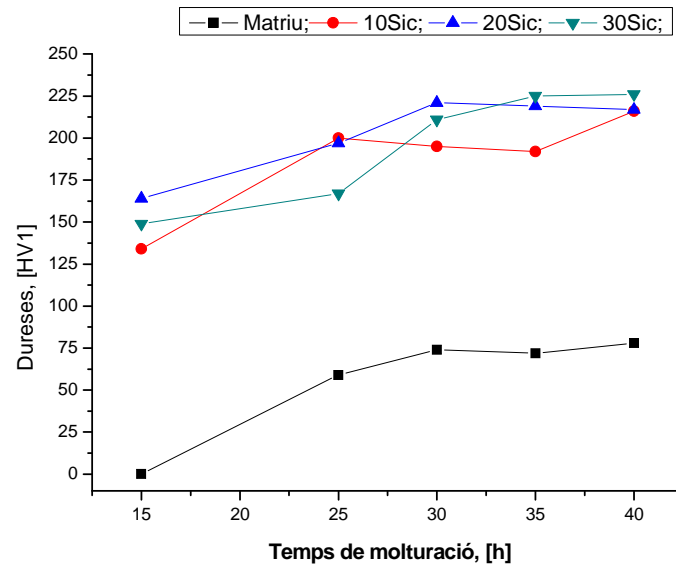


Fig. 8.3.- Gràfica comparativa de dureses dels compactats sota condicions en fred.

➤ **Condicion de compactació en calent:**

Els valors de duresa més elevats s'han presentat en les mostres de composició Al12Si+20%SiC amb 40 hores de molturació.

En quant a les hores de molturació, s'observa una clar augment progressiu de la duresa del material compactat amb l'augment de les hores de molturació.

Tot i això, en concordança amb el que teòricament caldria esperar, la duresa d'aquest tipus de MMC's augmenta proporcionalment amb el contingut de fase reforç, de naturalesa ceràmica i de gran duresa com es el cas del SiC, sense tenir en compte les hores de molturat.

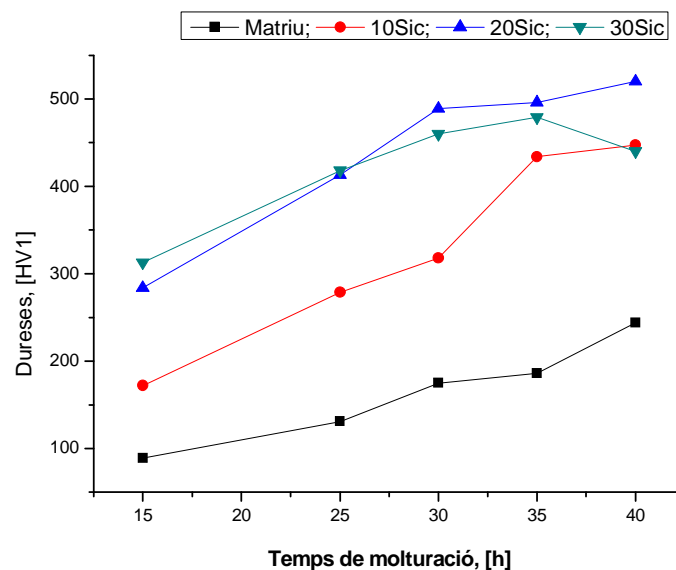


Fig. 8.4.- Gràfica comparativa de dureses dels compactats sota condicions en calent.

8.3. Desgast

Observant els valors de desgast presents en la Taula 8.3. i representats en les gràfiques de les figures 8.5. i 8.6; s'observa una clara disminució de la velocitat de desgast de les mostres compactades, paral·lelament a l'augment de les hores de molturat de la pols.

Taula 8.3.- Taula general de la velocitat de desgast dels compactes estudiats.

Material		Al12Si	+ 10%SiC	+ 20%SiC	+ 30%SiC
Temps molturat, [h]		Vel. Desgast, [m ³ /m ² *N]			
FRED	15	-	1,79E-12	1,49E-13	1,23E-12
	25	1,64E-12	2,10E-14	2,66E-15	2,33E-13
	30	6,94E-12	3,57E-13	3,82E-15	1,59E-14
	35	4,71E-12	3,93E-15	5,21E-15	1,84E-14
	40	6,31E-12	2,38E-15	6,08E-15	1,18E-14
CALENT	15	1,24E-13	2,58E-15	2,41E-16	1,37E-15
	25	5,03E-13	1,77E-16	4,58E-17	1,89E-15
	30	3,44E-14	7,52E-17	2,96E-17	4,54E-15
	35	4,45E-13	6,16E-17	1,66E-17	9,96E-16
	40	3,76E-14	4,51E-16	1,374E-15	2,66E-15

No obstant, a partir de les 35 hores de molturació s'aprecia una disminució de la duresa del compactat per a la composició del 30% de reforç: situació del tot inesperada i atribuïble, quasi amb tota seguretat, a la falta d'adherència derivada de l'excés de reforç.

➤ **Condicions de compactació en fred:**

Els valors de velocitat de desgast més baixos s'han presentat en les mostres de 40 i 35 hores, de composició Al12Si+10%SiC, respectivament.

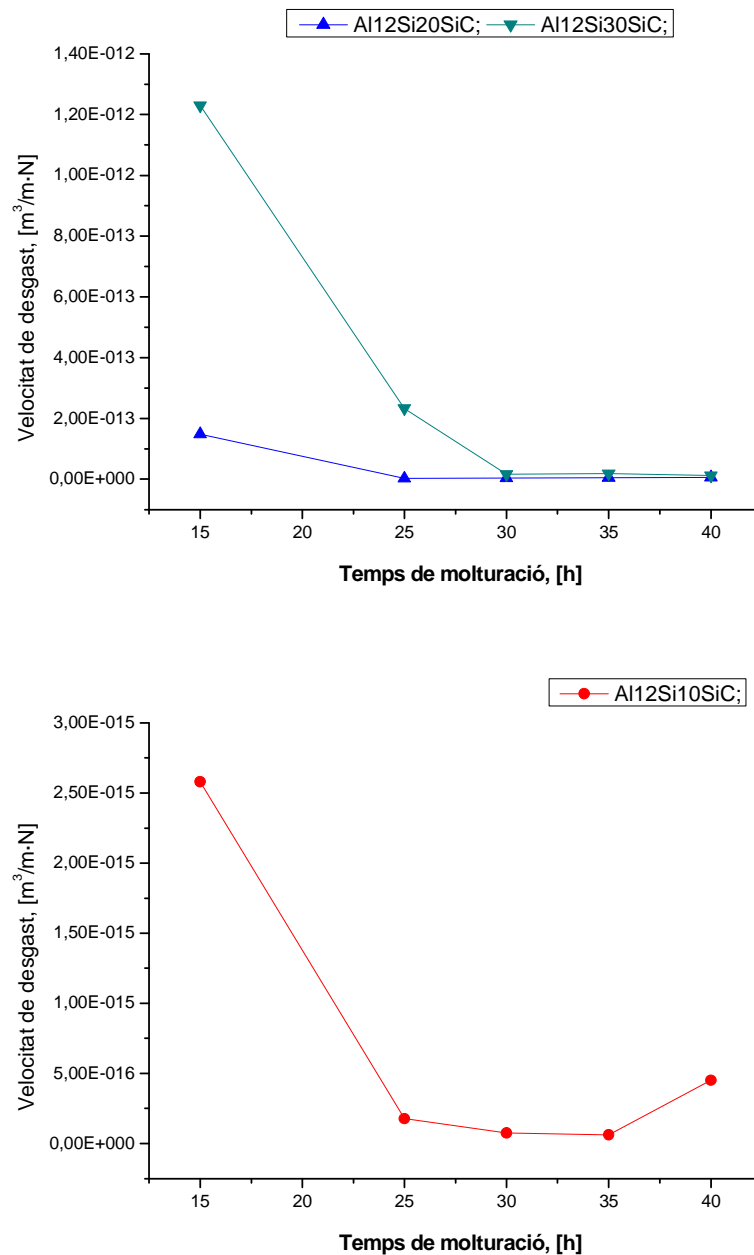


Fig. 8.5.- Gràfiques comparatives de velocitat de desgast dels compactats sota condicions en fred.

➤ **Condicion de compactació en calent:**

Els valors de velocitat de desgast més elevats s'han presentat en les mostres de 40 i 35 hores, de composició Al12Si+20%SiC, respectivament.

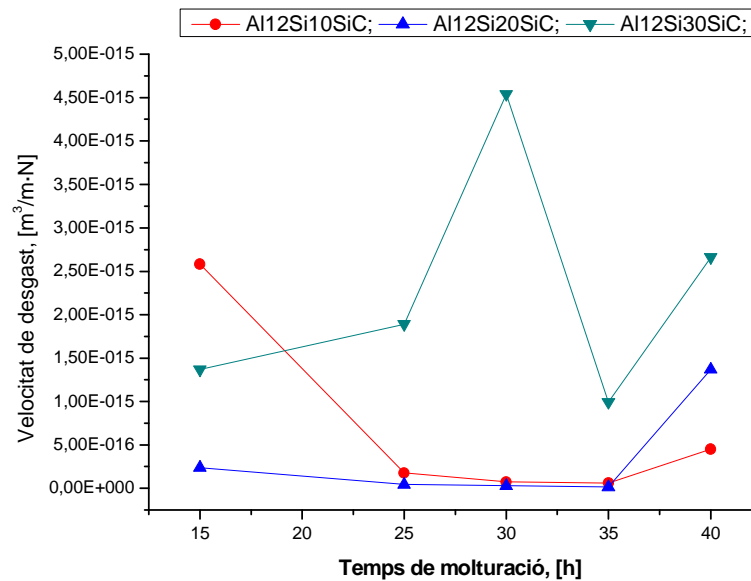


Fig. 8.6.- Gràfica comparativa de velocitat de desgast dels compactats sota condicions en calent.

Posteriorment, s'ha efectuat un anàlisi metal·logràfic SEM dels canals de desgast de les diferents mostres analitzades, observant els següents aspectes:

- La presència de nivells elevats de deformació plàstica en les mostres de pols compactada de matriu molturada sense reforç, com a conseqüència de la ductilitat intrínseca del alumini i del nivell de sol·licitació produït durant l'assaig pin-on-disk.
- La presència, en les diferents composicions de MMC estudiades, de dos mecanismes principals de desgast; un primer de tipus adhesiu en les etapes inicials i un segon tipus abrasiu en les etapes finals.
- La reducció del desgast amb la disminució de la mida final de les partícules de reforç de SiC.
- Un augment del despreniment de les partícules de SiC amb l'augment de la mida de partícula.
- Una disminució dels nivells de ductilitat amb l'augment del percentatge de reforç del MMC.

8.4. Microestructura

En la Fig. 7.21., de l'apartat 7.3.4. podem observar tant la microestructura com la mida de partícula de SiC que presenten les diferents composicions molturades a les 40 hores. La microestructura està constituïda per dues fases, una fase matriu de naturalesa metàl·lica base Al12Si de color grisós i tonalitat més fosca, i una segona fase ceràmica base SiC de color grisós, tonalitat clara i morfologia poligonal.

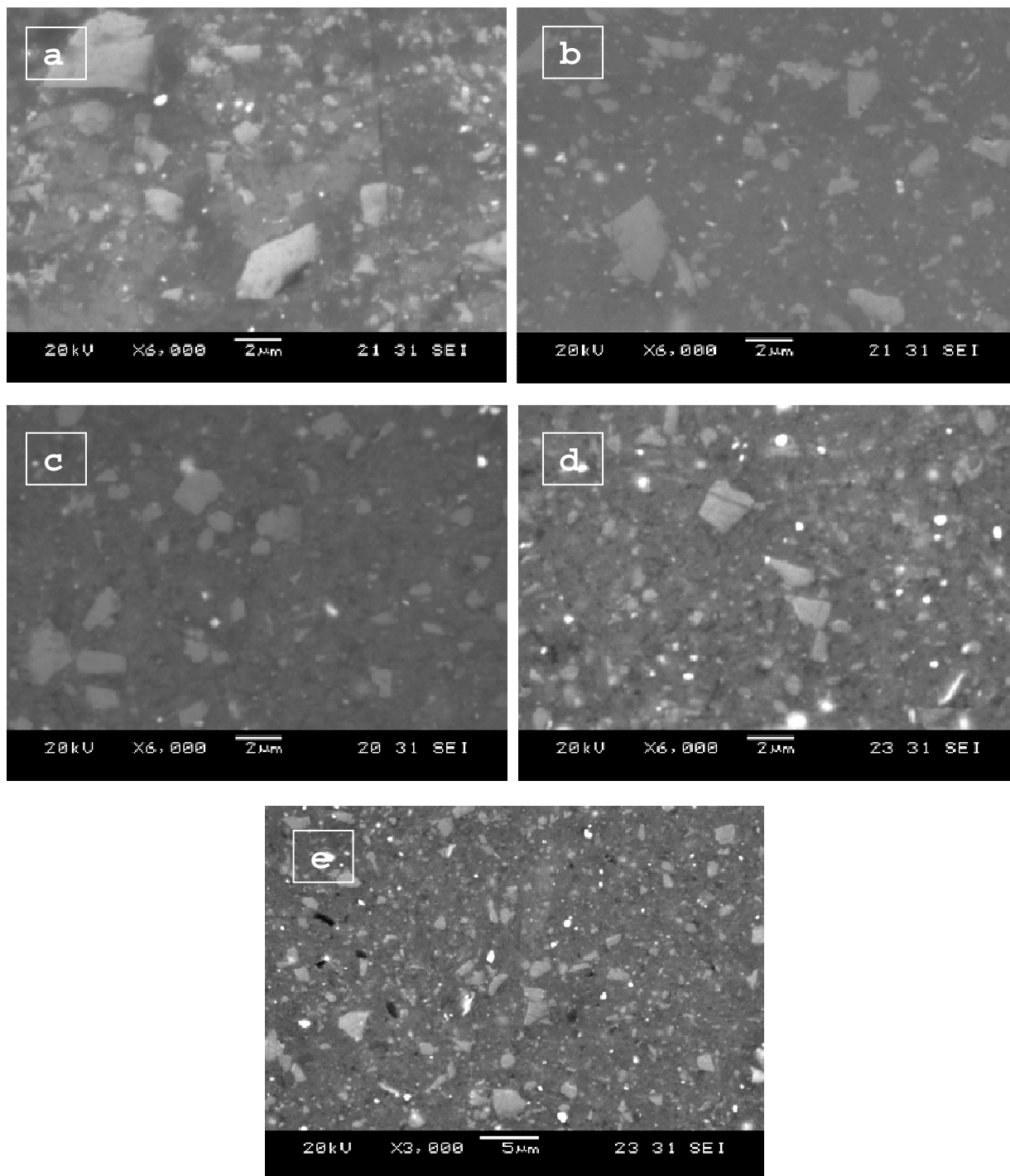


Fig. 8.7. Micrografies SEM de la evolució microestructural de les partícules de SiC
 durant el molturat de la composició Al₁₂Si+20%SiC;
 a) 15h; b)25h; c) 30h;d)35h;e)40h

L'anàlisi dels valors presents a la taula 7.17 i representat a la Fig. 7.21 i 7.22 mostren l'augment de la mida màxima de partícula de SiC amb l'augment de la proporció del mateix. Tendència totalment oposada a l'experimentada per la granulometria de la pols, taula 8.1 i Fig. 8.1 i 8.2.

L'anàlisi dels resultats experimentals, obtinguts en les avaluacions mecànica i tribològica, han confirmat a la composició del 20% de reforç com òptima.

L'estudi posterior de l'evolució de la mida de partícula de SiC, efectuat sobre la composició Al12Si+20%SiC, Taula 8.4 i Fig. 8.8; ha confirmat la disminució del mida de partícula ceràmica amb l'augment de les hores de molturació. Amb un mida màxim inicial de partícula al voltant de les 7 µm fins a un mida màxim final de partícula inferior a 1 µm.

Taula 8.4.- Taula de resultats de mida de SiC per a la composició Al12Si+20%SiC.

Al12Si + 20% SiC						
Temps	[h]	15	25	30	35	40
Terme mitjà	[µm]	3,6	2,8	2,2	1,9	0,9
Màxim		5,5	4,0	2,9	2,7	1,1
Mínim		2,2	2,3	1,6	1,4	0,6
Des. Std.		1,2	0,5	0,4	0,5	0,2

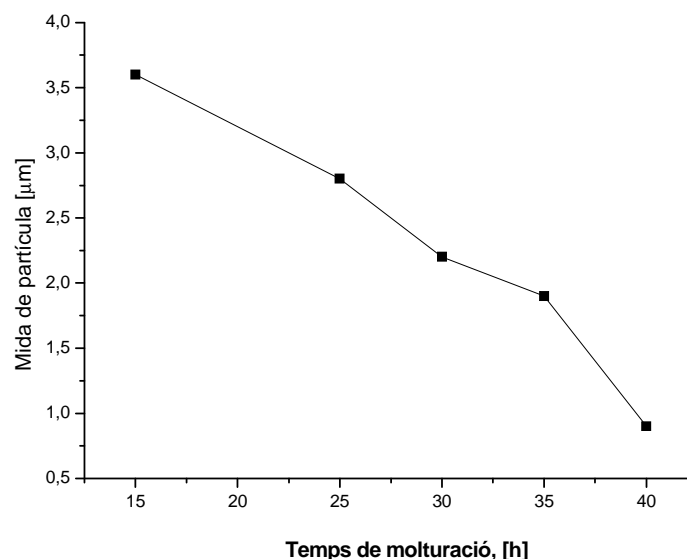


Fig. 8.8.- Gràfica de l'evolució de la mida de partícula de SiC amb les hores de molturat.

9. Conclusions

Un cop observats i analitzats els resultats obtinguts en els diferents assaigs experimentals, s'ha arribat a les conclusions següents:

- ❖ L'anàlisi dels resultats experimentals, obtinguts en les avaluacions mecànica i tribològica, han confirmat a la composició del 20% de reforç com a òptima.
- ❖ La mida final de partícula de SiC, després de 40 h de molturació, augmenta amb el contingut de reforç en el MMC.
- ❖ Dins d'una mateixa proporció de fase reforç, l'augment de les hores de molturat disminueix la mida màxima de la partícula de SiC.
- ❖ L'avaluació dels resultats de duresa ha demostrat l'increment generalitzat de la duresa del material amb l'augment de la temperatura de compactació i les hores de molturació.
- ❖ L'augment de la mida de partícula de pols de la matriu molturada a partir de les 35h de molturat, pot atribuir-se a fenòmens d'aglomeració, que disminueixen al augmentar el contingut de SiC.
- ❖ L'anàlisi metal·logràfic SEM dels canals de desgast ha revelat la presència de dos mecanismes principals de desgast, de tipus adhesiu en les primeres etapes i, com a conseqüència del primer i de forma predominant, del tipus abrasiu en les etapes finals.
- ❖ La resistència al desgast dels compactats millora en reduir la mida de les partícules de SiC, ja que comporta una menor mida de les partícules despreses durant l'assaig de desgast, reduint el fenomen de desgast abrasiu per tercers cossos.
- ❖ En el material amb un 30% de reforç, l'augment del percentatge i de la mida de les partícules de SiC ha comportat una disminució en l'adherència reforç/matriu, facilitant el desprendiment de les partícules de reforç, augmentant conseqüentment el desgast de tipus abrasiu.
- ❖ L'augment de la duresa dels compactats de MMC ha proporcionat un augment de la resistència al desgast dels mateixos, a excepció de les mostres a 40h reforçades amb el 10 i el 20% de SiC, efecte possiblement atribuïble a una falta de cohesió del material.
- ❖ L'anàlisi dels resultats experimentals ha confirmat la viabilitat del procés de molturació "Atritor" com a mètode de síntesis de MMC's a partir de fases inicials en forma de pols. Tot i això, no s'ha assolit la mida nanomètrica del reforç en aquest estudi.

10. Suggeriments

A l'hora de realitzar futurs treballs d'investigació en el camp de la molturació amb aquest tipus de material, es creu convenient donar tot un seguit de pautes a l'hora d'agilitzar la feina i augmentar-ne l'eficiència:

- ❖ Per tal d'assolir una mida final de partícula de reforç de mida nanomètrica seria aconsellable prosseguir l'estudi a partir de les 40 hores de molturat, extraient mostres cada 5 hores, fins a assegurar l'assoliment de l'objectiu.
- ❖ Per realitzar un estudi qualitatiu i fiable de la mida de les partícules obtingudes després del procés de molturat, el millor mètode és el de la difracció per làser, tot i que seria aconsellable utilitzar un equip d'aspiració forçada amb anàlisis composicional, per tal d'efectuar anàlisis granulomètrics i de composició de les diferents poblacions de mides de grà detectats.
- ❖ Per tal d'avaluar completament l'efecte del percentatge de reforç sobre la mida màxima final del mateix, així com la seva influència sobre les propietats dels compactats, es suggereix realitzar l'estudi de la mida màxima de partícula de SiC en totes les mostres.
- ❖ A l'hora de realitzar futurs treballs encaminats a l'estudi d'aquests tipus de MMC es recomana la compactació de les mostres en calent, utilitzant preferentment processos HIP (Hot Isostatic Pressing) en atmosfera controlada, inert o de buit.
- ❖ A l'hora d'optimitzar la cohesió matriu-reforç de les mostres compactades seria aconsellable realitzar una última etapa de sinterització sota condicions d'atmosfera controlada i/o inert.
- ❖ Avaluació del mida de grà de la matriu metàl·lica mitjançant microscòpia electrònica de transmissió (TEM).
- ❖ Realitzar anàlisis per tal de detectar i/o avaluar el nivell d'oxidació de les mostres molturades, a fi i efecte de mesurar el grau d'oxidació i la seva relació amb el %SiC i les hores de molturat.
- ❖ Per tal d'evitar possibles problemàtiques derivades de l'oxidació de la matriu metàl·lica durant el molturat, es aconsella la utilització d'una atmosfera controlada i/o inert com ara Nitrogen o Argó.

11. Pressupost

Molturació			
Concepte	Cost unit /€	Temps total [h]	Cost total /€
Union Process S-1	47,00	160	7.520,00
Operari	8,00	42	336,00
Material (consumibles)			1.122,12
<i>Al₂O₃Si, [kg]</i>	20,69	1,653	34,20
<i>SiC, [kg]</i>	12,78	0,346	4,42
<i>Hexà, [l]</i>	18,80	15	282,00
<i>Esteàric, [kg]</i>	50,00	0,03	1,50
<i>Boles WC-Co, [kg]</i>	80,00	10	800,00
	subTOTAL1		8.978,12
Amortització	10%		897,81
	subTOTAL2		9.875,93
	16% IVA		1.580,15
	TOTAL:		11.456,08

Granulometria			
Concepte	Cost unit /€	Temps total [h]	Cost total /€
LS13 320	27,00	5	135,00
Operari	8,00	5	40,00
	subTOTAL1		175,00
Amortització	10%		17,50
	subTOTAL2		192,50
	16% IVA		30,80
	TOTAL:		223,30

Compactació			
Concepte	Cost unit /€	Temps total [h]	Cost total /€
Carolina	60,00	12	720,00
Operari (x2)	8,00	24	192,00
Metro Com	145,00	13,33	1.932,85
Operari (x2)	8,00	26,66	213,28
Horbersal	106,00	13,33	1.412,98
	subTOTAL1		4.471,11
Amortització	10%		447,11
	subTOTAL2		4.918,22
	16% IVA		786,92
	TOTAL:		5.705,14

Preparació de les mostres			
Concepte	Cost unit /€	Temps total [h]	Cost total /€
LaboPress-3	42,00	6	252,00
Operari	8,00	6	48,00
Pedemin-S	42,00	14	588,00
Operari	8,00	14	112,00
	subTOTAL1		1.000,00
Amortització	10%		100,00
	subTOTAL2		1.100,00
	16% IVA		176,00
	TOTAL:		1.276,00

Microdureses			
Concepte	Cost unit /€	Temps total [h]	Cost total /€
Duramin	144,00	20	2.880,00
Operari	8,00	20	160,00
	subTOTAL1		3.040,00
Amortització	10%		304,00
	subTOTAL2		3.344,00
	16% IVA		535,04
	TOTAL:		3.879,04

Desgast			
Concepte	Cost unit /€	Temps total [h]	Cost total /€
Pin-on-disk (CSEM)	89,00	39,99	3.559,11
Operari	8,00	16,66	133,28
Taylor Hobson	87,00	20	1.740,00
Operari	8,00	20	160,00
	subTOTAL1		5.592,39
Amortització	10%		559,24
	subTOTAL2		6.151,63
	16% IVA		984,26,82
	TOTAL:		7.135,89

Metal·lografia			
Concepte	Cost unit /€	Temps total [h]	Cost total /€
Microscopi electrònic (SEM)	125,00	3	375,00
Operari	89,00	3	267,00
	subTOTAL1		642,00
Amortització	10%		64,20
	subTOTAL2		706,20
	16% IVA		112,99
	TOTAL:		819,19

Redacció PFC			
Concepte	Cost unit /€	Temps total [h]	Cost total /€
Enginyer Tècnic Industrial	30,00	600	18.000,00
	subTOTAL1		18.000,00
Amortització	10%		1.800,00
	subTOTAL2		19.800,00
	16% IVA		3.168,00
	TOTAL:		22.968,00

PRESSUPOST GLOBAL DEFINITIU		
Activitat	Concepte	Cost total /€
1	Molturació	11.456,08
2	Granulometria	223,30
3	Compactació	5.705,14
4	Preparació de les mostres	1.276,00
5	Microdureses	3.879,04
6	Desgast	7.135,89
7	Metal·lografia	819,19
9	Redacció PFC	22.968,00
Total Acumulat Final:		53.462,64

12. Agraïments

Agrair al **CDAL** “Centre de Disseny d’Aliatges Lleugers i Tractaments de Superfície”, de la EPSEVG (Escola Politècnica Superior de Vilanova i la Geltrú), en les instal·lacions de la qual s’ha efectuat tota la part experimental d’aquest estudi.

Agrair al “Laboratori d’enginyeria mecànica de la ETSEIB (Escola Tècnica Superior d’enginyers Industrials de Barcelona), especialment als Sr. Rafael Bermúdez i al Sr. Antoni Llach, el seu suport en la mecanització, ajust i rectificació de la matriu de compactació utilitzada en aquest estudi.

Agrair al “Laboratori comú d’enginyeria mecànica de la ETSEIB (Escola Tècnica Superior d’enginyers Industrials de Barcelona), especialment als Sr. Ramón Casado i al Sr. Alex Domínguez, la utilització de la premsa hidràulica “Carolina” emprada per a la compactació de les mostres de pols.

Cal fer especial menció al **Sr. Miquel Punset Fusté**, director, coordinador i responsable de la supervisió i seguiment del projecte, que sense l’ajut, orientació i suport logístic del qual hagués estat impossible dur a terme aquest treball, així com al **Dr. Josep A. Picas Barrachina**, ponent i responsable directe del mateix.

D’altre banda, agrair immensament l’ànim i suport entregat per els meus **PARES i GERMANA**, així com família i amics, que en tot moment m’han recolzat, i animat davant de qualsevol situació difícil a lo llarg de la meva carrera universitària.

A tots, i cadascun d’ells: **GRÀCIES**



Albert Bernal Ruiz

13. Bibliografia

- [1] B. Kogon. Nanotecnologia: Què és i com ens afectarà?. Institut Català de Nanotecnologia 2009.
- [2] Torpe R., Kopech H., VHOF Termal Spray Technology, Advanced Materials & Processes, nº 4, (2000), pp 27-29.
- [3] S.C. Tjong, Haydn Chen. Nanocrystalline materials and coatings, Material science and Engineering R, 45 (2004), pp. 1-88.
- [4] William D. Callister. Ciencia e ingeniería de los materiales, Editorial. Reverté, 2002.
- [5] Donald R. Askeland. Ciencia e ingeniería de los materiales. Paraninfo, 2001.
- [6] Solà Saracibar, J. Caracterització i consolidació de compactes d'alumini comercialment pur processat per deformació severa. Projecte final de carrera 2008.
- [7] Bermejo Sanchis, A. Estudi de la mida de gra en pols d'alumini obtinguda per deformació severa mitjançant molturació mecànica. Projecte final de carrera 2008.
- [8] E. Martín. Aleaciones de aluminio y sus aplicaciones. Centre de Disseny d'Aliatges Lleugers i Tractaments de Superfícies. Universitat Politècnica de Catalunya.
- [9] J.A. Puértolas, R. Ríos, A. Vilellas, J.M. Casals. Tecnología de Materiales. Universidad de Zaragoza.
- [10] William F. Smith. Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales. Mc Graw Hill, 1998.
- [11] James F. Shackelford. Introducción a la ciencia de los materiales para ingenieros. Prentice Hall, 1998
- [12] Akhtar S. Khan. Yeong S. Suh, Xu Chen, Laszlo Takacs, Haoyue Zhang. Nanocrystalline aluminium an iron: Mechanical behavior at quasi-static and high strain rates, and consecutive modeling. International journal of Plasticity. Vol.22, 2006, pp.195-209.
- [13] M. Muhammed, T. Tsakalakos. Nanostructured materials and Nanotechnology: Overview. Journal of the Korean Ceramic Society. Vol.40, 2003, pp.1027-1046.
- [14] Kyung H. Chung, Jianhong He, Dong H. Shin, Julie M. Schoenung. Mechanisms of microstructure evolution during cryomilling in the presence of hard particles. Materials Science and Engineering. Vol.356, 2003, pp.23-31

- [15] A. Szegvari, M. Yang. Equipo de molienda por atricion y dispersión. Union Process inc.
- [16] Suryanarayana, C. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science. Vol.46, 2001, pp.1-184
- [17] B. Bhushan. Principles and applications of tribology. Wiley-interscience. pp 198-199; pp.254-285; pp.344-347; pp.479-540.
- [18] H. J. Fecht. Nanostructure formation by mechanical attrition. NanoStructured Materials. Vol.6, 1995, pp.33-42.
- [19] C.C. Koch. Synthesis of nanostructured materials by mechanical milling: Problems and opportunities. Nanostructured Materials. Vol.9, 1997, pp.13-22.
- [20] D. B.Witkin, E. J. Lavernia. Syntesis and mechanical behavior of nanostructured materials via cryomilling. Progress in Materials Science. Vol.51, 2006, pp.1-60.
- [21] J. Milligan, R. Vintila, M. Brochu. Nanocrystalline eutectic Al-Si alloy produced by cryomilling. Materials Science and Engineering. Vol.508, 2009, pp. 43-49.
- [22] Jianhong He, Julie M. Schoenung. Nanostructured coatings. Materials Science and Engineering. Vol.336, 2002, pp. 274-319.
- [23] Jean François, G. Comportamiento mecánico de aceros de grano ultrafino obtndos por molienda. Projecte final de carrera 2007.
- [24] Rodriguez Mila, X. Síntesi i caracterització de materials compostos obtinguts per molturació. Projecte final de carrera 2008.
- [WWW1] University of southen california.
[http://aewwww.usc.edu/research/advanced_materials/ultrafinegrained.shtml, 22/12/2009].
- [WWW2] Mikrons, Grinding and dispersion make easy.
[http://www.attritor.in/attritor_working.html, 16/12/2009]
- [WWW3] CDAL Centre de Disseny d'Aliatges Lleugers i Tractaments de Superfície
[<http://www.cdaltec.com/cdalcatal/home.htm>, 20/07/2009]

